

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV FYZIKÁLNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF PHYSICAL ENGINEERING

VÝVOJ A APLIKACE UHV ZAŘÍZENÍ PRO DEPOZICE
TENKÝCH VRSTEV
(ATOMÁRNÍ A IONTOVÉ SVAZKOVÉ SYSTÉMY)

DEVELOPMENT AND APPLICATION OF AN UHV EQUIPMENT FOR DEPOSITION
OF THIN FILMS
(ATOMIC AND ION SYSTEMS)

DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

Ing. JINDŘICH MACH

AUTHOR

VEDOUCÍ PRÁCE

prof. RNDr. TOMÁŠ ŠIKOLA, CSc.

SUPERVISOR

BRNO 2009

Abstrakt

V dizertační práci je popsán vývoj dvou zařízení pro přípravu ultratenkých vrstev v UHV (ultravysoké vakuum) podmínkách. Je zde stručně popsána teorie atomárních svazků a dále pak podrobněji konstrukce uvedených zdrojů. V první části je popsána konstrukce termálního atomárního zdroje navrženého pro formování svazků atomů kyslíku nebo vodíku. Dále je uveden návrh a konstrukce iontově-atomárního zdroje pro depozici s asistencí iontových svazků. Zařízení kombinuje principy efuzní cely s elektronově srážkovým iontovým zdrojem generující ionty o energii iontů (30-100 eV). Zdroj byl úspěšně užít pro depozici GaN vrstev na Si(111) 7x7 za pokojové teploty.

Abstract

In the thesis the development of two equipment for preparation of ultrathin films under ultrahigh vacuum conditions (UHV) is discussed. Here, additionally to a brief description of theoretical principles, more details on the design of these units are given. In the first part the design of a thermal source of oxygen or hydrogen atomic beams is discussed. Further, a design and construction of an ion-atomic beam source for ion-beam assisted deposition of thin films is detailed. The source combines the principles of an efusion cell and electron-impact ion beam source generating ions of (30 – 100) eV energy. The source has been successfully applied for the growth of GaN on the Si(111) 7x7 substrate under room temperature.

Klíčová slova

ATOMÁRNÍ ZDROJ, IONTOVÝ ZDROJ, IONTOVĚ-ATOMÁRNÍ ZDROJ, TERMÁLNÍ SVAZKY ATOMŮ KYSLIKU, TERMÁLNÍ SVAZKY ATOMŮ VODÍKU, ATOMÁRNÍ VODÍK, ATOMÁRNÍ KYS-LÍK, GAN, IBAD, IBAAD, MBE, RŮST ULTRA TENKÝCH.

Keywords

ATOMIC SOURCE, ION SOURCE, ION-ATOMIC SOURCE, THERMAL OXYGEN ATOM BEAM, HY-DROGEN THERMAL ATOM BEAM, GAN, IBAD, IBAAD, MBE, GROWTH OF ULTRATHIN LAYER.

Poděkování

Rád bych poděkoval prof. RNDr. Tomáši Šikolovi, CSc. za odborné vedení a podporu v celém průběhu mého postgraduálního studia. Také bych chtěl vyjádřit svůj dík všem kolegům z Ústavu fyzikálního inženýrství, kteří mně pomáhali s řešením experimentálních problémů a vytvářeli příjemnou atmosféru v laboratoři.

Dále chci poděkovat celé mé rodině za morální i materiální podporu během celého studia a svým přátelům, zejména Petře Banasové za celkovou morální podporu.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem dizertační práci vypracoval samostatně, za použití uvedené literatury a podle metodických pokynů vedoucího dizertační práce.

V Brně dne

Ing. Jindřich Mach

Obsah

1 Úvod do problematiky atomárních a iontových svazků	3
1.1 Iontové a atomární systémy – aplikace	3
1.1.1 MBE – molekulární svazková epitaxe	3
1.1.2 Epitaxní růst	4
1.1.3 Příprava superstruktur	4
2 Teorie atomárních svazků	7
2.1 Extrakce atomárních svazků	7
2.1.1 Efuze přes dlouhé kanálky	9
2.2 Disociace molekul plynu	10
2.3 Teplotní disociace	11
3 Detekce atomárních a iontových svazků	13
3.1 Detekce atomárních svazků a měření stupně disociace	13
3.1.1 Akumulační detektory	13
3.1.2 Silové (momentové) detektory	14
3.1.3 Povrchová ionizace (Langmuirův-Taylorův detektor)	14
3.1.4 Ionizace elektrickým polem	15
3.1.5 Univerzální detektory	15
3.2 Detekce iontových svazků	16
3.2.1 Faradayova cela	17
3.2.2 Elektronový násobič	17
4 Termální disociační atomární zdroj	19
4.1 Termální svazky atomů kyslíku – aplikace	19
4.2 Termální svazky atomů vodíku - aplikace	20
4.3 Disociační zdroje atomárního kyslíku a vodíku	23
4.3.1 Termální disociační zdroj	23
4.4 Požadavky kladené na zdroj termálních svazků atomů kyslíku a vodíku	26
4.5 Termální disociační komůrka	28
4.6 Žhavení disociační komory	29
4.7 Kolimace atomárních svazku	30
4.8 Teplotní analýza atomárního zdroje	32
4.9 Konstrukční návrh zdroje termálních svazků atomů kyslíku	33
4.10 Testování a kalibrace zdroje termálních svazků atomů kyslíku	37
4.11 Testování a kalibrace zdroje termálních svazků atomů vodíku	39
4.12 Měření stupně disociace a profil svazku atomů vodíku	41
4.13 Interakce vodíkových atomů s povrchem Si(100)	42
5 Iontově – atomární zdroj svazků GaN	47
5.1 Iontově – atomární svazky GaN – aplikace	47
5.2 Požadavky kladené na iontově – atomární zdroj k depozici GaN	48
5.3 Popis funkce iontově – atomárního zdroje pro depozici GaN	49
5.3.1 Mód efuzní cela	50
5.3.2 Mód iontový zdroj	50
5.3.3 Iontově – atomární mód	50
5.3.4 Mód pulzní depozice IBAD	51

5.4	Iontově – atomární zdroje	51
5.5	Simulace funkce zdroje	52
5.6	Konstrukční návrh iontově – atomárního zdroje pro GaN	54
5.6.1	Zdroj atomů Ga s termální energií	54
5.6.2	Tvorba iontů a jejich energie	55
5.6.3	Uložení vnitřní elektrody	55
5.6.4	Katoda	56
5.6.5	Extrakční elektroda	57
5.6.6	Extrakční otvor	57
5.6.7	Konstrukční návrh iontově – atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev . . .	58
5.7	Testování iontově – atomárního zdroje	61
5.7.1	Testování - mód iontový zdroj	63
5.7.2	Měření energie iontů	65
5.7.3	Depozice Ga vrstev a problém s ohřevem kalíšku	66
5.7.4	Konstrukční úpravy iontově – atomárního zdroje	70
6	Příprava vrstev GaN užitím iontově-atomárního zdroje	72
6.1	Vrstvy GaN	72
6.1.1	GaN - základní fyzikální vlastnosti	72
6.2	Metody přípravy GaN vrstev	73
6.2.1	MOCVD	74
6.2.2	PVD - MBE	74
6.3	Substráty užívané k růstu nitridů skupiny III	75
6.3.1	Safír	75
6.3.2	6H SiC	75
6.3.3	Si – křemík	75
6.3.4	ELOG substrát	76
6.3.5	Ostatní substráty	76
6.4	Růst tenkých vrstev s využitím iontových svazků	76
6.5	Depozice GaN – uspořádání experimentu	78
6.5.1	Příprava substrátu Si(111) 7×7	78
6.6	Příprava Ga a GaN vrstev na povrch Si(111) 7×7 pro $E = 100$ eV	79
6.7	Depozice Ga a GaN vrstev na povrch Si(111) 7×7 pro $E < 100$ eV	81
6.8	Optimalizace iontově-atomárního zdroje - zvýšení hustoty iontů ve svazku	90
7	Závěr	94
7.1	Přehled grantové a publikační činnosti	95
7.1.1	Grantová činnost	95
7.1.2	Publikace	95
7.1.3	Patenty a funkční vzorky	96
7.1.4	Prezentace formou posteru	96
7.1.5	Seznam zkratk	103

1 Úvod do problematiky atomárních a iontových svazků

1.1 Iontové a atomární systémy – aplikace

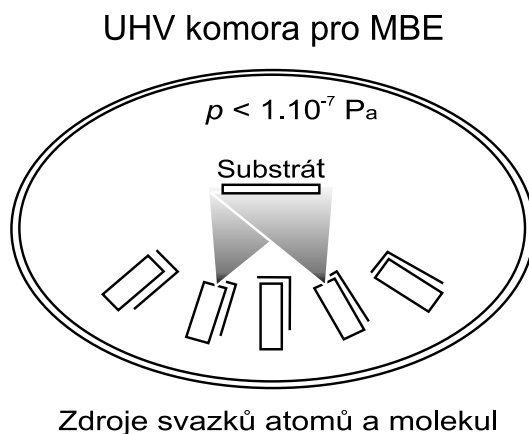
Když Dunnoyer (1911) experimentoval s prvními molekulárními svazky, ukázal, že částice uvnitř dostatečně vyčerpané komory se pohybují podél přímky. V té době vytvářel jedno z nejdůležitějších fyzikálních a chemických experimentálních zařízení dvacátého století. Za tímto prvotním experimentem následovala spousta zajímavých experimentů. Jako příklad lze uvést experimentální ověření kinetické teorie plynů měřením Maxwellovy distribuční funkce rozložení rychlostí (1920), nebo experimentální ověření de Broglieovy vlnové délky (1930) a mnoho dalších [1].

V průběhu dvacátého století byly molekulární svazky používány v mnoha oblastech fyziky a také vznikla spousta aplikací využívajících molekulární svazky, jako například při studiu elastického rozptylu (vyvinul se v nejpřesnější metodu umožňující měření intermolekulárního potenciálu), při studiu nepružného rozptylu, studiu interakce plynu s povrchem, výzkumu klastrů, litografie, molekulární svazkové epitaxe a mnoho dalších.

V úvodní části této práce se budeme zabývat užitím atomárních zdrojů v oblasti přípravy superstruktur a ultratenkých vrstev pomocí molekulární svazkové epitaxe (*Molecular Beam Epitaxy* – MBE).

1.1.1 MBE – molekulární svazková epitaxe

Jak již název napovídá, jsou při MBE užívány lokalizované svazky atomů nebo molekul. Atomární případně iontové svazky jsou získávány k tomuto účelu z atomárních či iontových zdrojů. Pomocí této metody jsou připravovány rozličné polovodičové struktury. MBE je proces růstu tenkých vrstev (epitaxních filmů), mnoha rozmanitých materiálů (kovy, polovodiče i oxidy). Epitaxní tenké vrstvy mohou být rosteny na substrát stejného materiálu nebo rozdílného materiálu: v prvním případě se hovoří o homoepitaxním a v druhém o tzv. heteroepitaxním růstu.



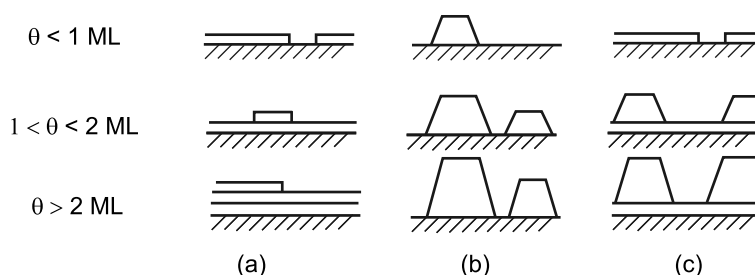
Obrázek 1: Schematické znázornění uspořádání typického MBE systému.

Základem MBE systémů jsou UHV komory, ve kterých je hodnota tlaku zpravidla menší než $p = 1 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}$. Schematické znázornění typického uspořádání MBE komory je zobrazeno na obrázku 1. Nespornou výhodou MBE procesů je vysoká čistota okolí, která je spjata s podmínkou UHV prostředí. Je známo, že nepatrné množství nečistot u polovodičových materiálů může vést k významné změně jejich fyzikálních vlastností.

1.1.2 Epitaxní růst

Epitaxní růst vrstev je předmětem zájmu mnoha technických směrů. Důležitou roli hraje především při výrobě polovodičových elektronických součástek, stejně tak jako při výrobě magnetických záznamových médií (multivrstvy) nebo magnetických čtecích hlav. V současné době se též epitaxního růstu využívá při přípravě takzvaných hyperstruktur, tvorby umělých krystalů. Ty se jeví jako velice perspektivní struktury pro polovodičový a optoelektronický průmysl [2].

Termínem epitaxní růst rozumíme růst vrstvy se shodnou krystalickou strukturou jako substrát [3]. Růst vrstev můžeme rozdělit do tří základních módů dle způsobu růstu a vzniku nukleačních zárodků. První růstový mód se nazývá *růst vrstvy po vrstvě* neboli Frankův – van der Merveův mód. V tomto módu jsou deponované atomy silněji vázány k substrátu než samy mezi sebou. Tento druh růstu je schematicky zobrazen na obrázku 2 (a), kde θ značí množství materiálu potřebné k pokrytí jedné kompletní atomární vrstvy. V opačném případě, kdy deponované atomy jsou více přitahovány vzájemně mezi sebou než k substrátu, se uskutečňuje *ostrůvkový růst vrstvy* neboli Volmerův – Weberův růst. Tento růstový mód je zobrazen na obrázku 2 (b). V případě rovnosti vazebných sil vzniká třetí způsob růstu vrstvy, jenž je kombinací předchozích dvou módů. Jedná se o takzvaný *růst vrstva plus ostrůvky* neboli Stranskiho – Krastanovův viz obrázek 2 (c).



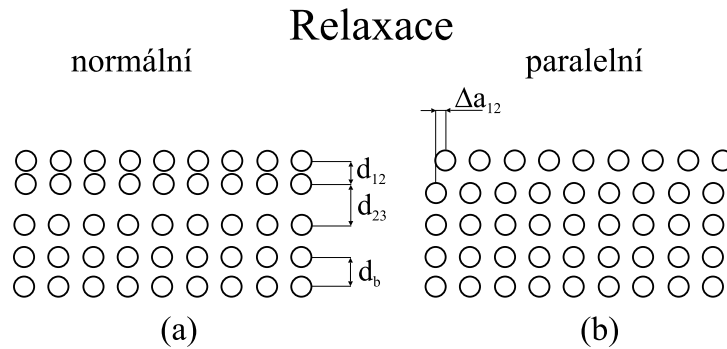
Obrázek 2: Schematické znázornění tří růstových modelů jako funkce pokrytí θ monovrstvou (ML): (a) růst vrstva po vrstvě; (b) ostrůvkový růst; (c) růst vrstva plus ostrůvky.

1.1.3 Příprava superstruktur

V důsledku rozvoje oboru nanotechnologie se v nedávné době upřela pozornost na studium mechanismů vzniku zárodečných struktur na povrchu substrátu. Ukázalo se, že způsob růstu vrstev silně závisí na druhu a úpravě substrátu, zejména u polovodičových prvků. V důsledku působení povrchových sil dochází na povrchu k přeuspořádání atomů. V literatuře se zpravidla rozlišují hlavní dva typy takového přeuspořádání:

- relaxace,
- rekonstrukce.

Relaxací rozumíme případ, kdy atomy na povrchu jsou uspořádány stejně jako atomy v objemu krystalu (mají identickou 2D primitivní buňku), jen rozestupy mezi atomárními vrstvami jsou změněny oproti objemovému uspořádání. Tento případ se nazývá normální relaxace, vyskytuje se u kovů a je znázorněn na obrázku 3 (a). U kovů se rovněž setkáváme s případy, kdy atomy na povrchu mají stejné uspořádání jako atomy v objemu, ale jsou oproti nim posunuty o vzdálenost menší než je mřížková konstanta Δa_{12} ; jedná se o takzvanou paralelní (tangenciální) relaxaci. Tento typ relaxace je znázorněn na obrázku 3 (b).



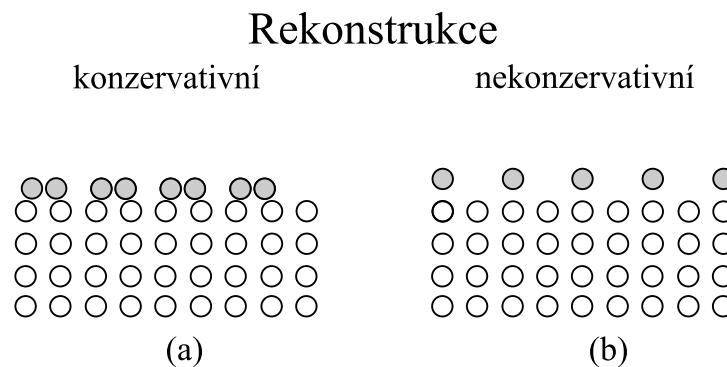
Obrázek 3: Schematické zobrazení normální (a) a paralelní (b) relaxace horní vrstvy u kovových krystalů. Převzato z [4].

Případ, kdy struktura uspořádání atomů na povrchu je odlišná oproti uspořádání atomů v objemu, nazýváme rekonstrukcí. V řadě případů je rekonstrukce povrchu charakterizována symetrií, která je odlišná od symetrie uspořádání atomů v objemu krystalu.

Rekonstrukci můžeme rozdělit na:

- konzervativní a
- nekonzervativní.

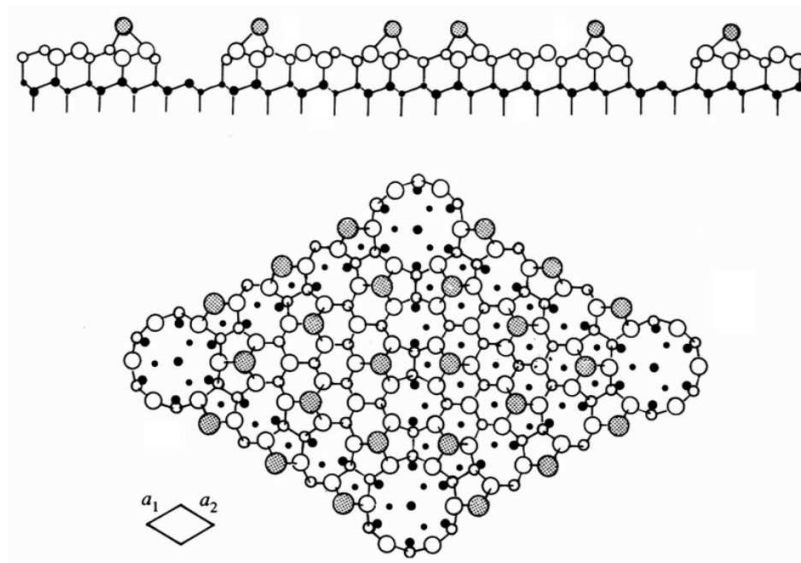
V prvním případě je množství atomů ve vrstvě zachováno a rekonstrukce zahrnuje pouze změnu uspořádání polohy povrchových atomů oproti uspořádání atomů v objemu, jak je znázorněno na obrázku 4 (a).



Obrázek 4: Schematické zobrazení konzervativní (a), a nekonzervativní (b) rekonstrukce povrchové vrstvy atomů. Převzato z [4].

Naproti tomu u nekonzervativní rekonstrukce je množství atomů na povrchu změněno v porovnání se situací v objemu materiálu, tento případ je schematicky znázorněn na obrázku 4 (b).

Rekonstrukci povrchu můžeme například pozorovat u Si(111) 7×7 , ta je zobrazena na obrázku 5. Jedná se o povrch, který je převážně používán k experimentům v laboratořích Ústavu fyzikálního inženýrství FSI. Uspořádání atomů na tomto povrchu bylo donedávna záhadou. Přesnému popisu poloh rekonstruovaných povrchových atomů pomohl vznik a rychlý rozvoj AFM a STM mikroskopů.

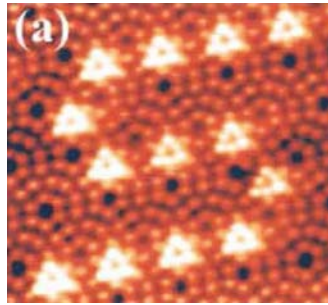


Obrázek 5: Model povrchové rekonstrukce Si(111) 7×7 [4].

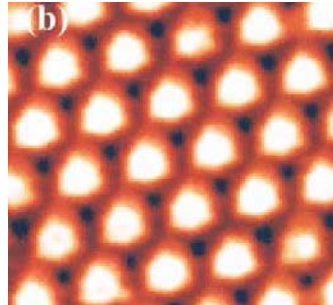
Pokud na rekonstruovaném substrátu necháme růst vrstvu, mohou se zárodky nově vznikající vrstvy uspořádat do energicky výhodných útvarů, jež nazýváme superstruktury nebo dvoudimenzionální struktury, popřípadě povrchové fáze. Tímto způsobem lze na povrchu vytvářet periodicky uspořádaná pole nanostrukturních prvků. Tato uspořádaná klastrová pole závisí na historii depozice. Superstruktury mohou být v budoucnu velmi užitečné v oboru nanotechnologie. V současné době se jeví uspořádané pole kovových nanoklastřů jako velice slibný materiál pro výrobu nové generace mikroelektronických součástí a záznamových médií s ultravysokou hustotou záznamu nebo pro výrobu nanokatalyzátorů. Zajímavý příklad tvorby superstruktur na rekonstruovaném povrchu Si(111) 7×7 byl publikován v článku [5], kde precizní regulací růstových parametrů byla získána uspořádaná nanoklastrová pole. Na zmiňovaný povrch substrátu bylo naneseno 0,05 monovrstvy (ML) In. Při této míře pokrytí je již vidět evidentně lokální uspořádání zárodků nanášené vrstvy. Všechny nanoklastry jsou tvarově homogenní a tvoří rovnostranné trojúhelníky z atomů india, jak můžeme pozorovat na obrázku 6 (a). V případě nanesení 0,12 ML india na Si(111) 7×7 bylo na povrchu získáno uspořádané nanoklastrové pole. Vzdálenost mezi jednotlivými nanoklastry byla 2,7 nm, viz obrázek 6 (b).

pokrytí indiem 0,05 ML

pokrytí indiem 0,12 ML



(a)



(b)

Obrázek 6: (a) STM obrázek nanoklastrů In na Si(111) 7×7 při pokrytí In 0,05 ML, (b) uspořádané pole In nanoklastrů pokrytí 0,12 ML. Převzato z [5].

2 Teorie atomárních svazků

Některé základní parametry atomárních zdrojů jako například tvar atomárního svazku, složení svazku lze s úspěchem předpovědět pomocí teorie atomárních svazků. Ta vychází z klasické kinetické teorie plynů, jež předpokládá následující vlastnosti plynu: plyn se skládá z velkého množství molekul, které se neustále pohybují a vzájemně se ovlivňují jen v případě, když se dvě částice přiblíží na dostatečně malou vzdálenost (srážka). V tomto případě nastává vzájemná silová interakce a dochází ke změně energie jednotlivých částic účastnících se srážky. Energii jednotlivých molekul ε dostaneme superpozicí translační ε_{tr} , vibrační ε_v a rotační ε_r energie¹:

$$\varepsilon = \varepsilon_{tr} + \varepsilon_v + \varepsilon_r. \quad (1)$$

Tyto jednotlivé části energií mohou být studovány pomocí infračervené spektroskopie, nebo ve spektru plazmatu plynu. V rámci diplomové práce autora této disertační práce byla při experimentech změřena optická spektra vysokofrekvenčního plazmatu dusíku. Zde byly také hledány píky intenzity záření vystupujícího z výboje, které odpovídají jednotlivým energiovým stavům dusíku [6].

2.1 Extrakce atomárních svazků

Atomy mohou opouštět zdroj efuzním nebo aerodynamickým tokem. Efuzním tokem budou atomy opouštět zdroj za předpokladu, že tlak ve zdroji a tvar štěrbin budou vybrány tak, aby prostorová a rychlostní distribuční funkce atomů zůstala nezměněna v momentě, kdy atomy přecházejí přes štěrbinu. Znamená to, že se jedná o proudění, jehož charakter nijak podstatně neovlivňují vzájemné srážky molekul (atomů) mezi sebou, popřípadě srážky molekul (atomů) se stěnami. Toto proudění se nazývá molekulární proudění přes clonu nebo také efuzní proudění plynu. Při efuzním proudění lze zanedbat tření molekul (atomů) mezi sebou a se stěnami vakuové aparatury. Uvedené proudění vzniká při nízkém tlaku, kdy je splněna podmínka efuze (2) a kdy je délka štěrbin přibližně rovna nule. Za nulovou délku l můžeme ještě považovat vedení v podmínkách vysokého vakua, když je splněna podmínka $R > 0,5l$, kde l označuje délku štěrbin a R je hlavní rozměr průřezu štěrbin

¹V případě, že dochází k excitaci elektronů, musíme ještě přičíst příspěvek od této energie ε_e .

Plyn	$\delta[\text{cm}]$	$\lambda[\text{cm}]$
Hélium	$2,20 \times 10^{-8}$	$1,32 \times 10^{-2}$
Neón	$2,55 \times 10^{-8}$	$9,82 \times 10^{-3}$
Argon	$3,69 \times 10^{-8}$	$4,67 \times 10^{-3}$
Vodík	$2,68 \times 10^{-8}$	$8,83 \times 10^{-3}$
Dusík	$3,78 \times 10^{-8}$	$4,45 \times 10^{-3}$
Kyslík	$3,65 \times 10^{-8}$	$4,77 \times 10^{-3}$
Chlor	$5,51 \times 10^{-8}$	$7,61 \times 10^{-3}$

Tabulka 1: Vypočtené hodnoty λ a δ pro teplotu 0°C a tlak 1 torr pro vybrané atomy plynu. Převzato z [7].

(poloměr štěrby kruhového průřezu, úhlopříčka u čtvercového průřezu). Poté můžeme zapsat podmínku efuze jako

$$d \ll \lambda_A, \quad (2)$$

kde d je průměr štěrby (pro kruhový průřez štěrby) a λ_A je střední dráha, kterou urazí atom bez kolize s nějakou jinou částicí. Jedná se o střední volnou dráhu atomu. Z kinetické teorie plynu dostáváme známou formuli

$$\lambda_A = \frac{1}{\sqrt{2}\sigma_k n}, \quad (3)$$

kde n je koncentrace atomů a σ_k účinný průřez atomu definovaný jako $\sigma_k = \pi\delta^2/4$ (δ je zde průměr atomu). Relace, která platí pro ideální plyn, má tvar

$$p = nkT, \quad (4)$$

kde p je tlak ve zdroji, T je absolutní teplota ve zdroji v kelvinech a k je Boltzmannova konstanta. Po dosazení (4) do (3) dostáváme střední volnou dráhu atomu jako funkci teploty a tlaku:

$$\lambda_A = \frac{kT}{\sqrt{2}p\sigma_k} = 7,321 \cdot 10^{-20} \frac{T}{p\sigma_k}, \quad (5)$$

kde p je v jednotkách torr. Hodnoty λ a δ jsou uvedeny v tabulce 1.

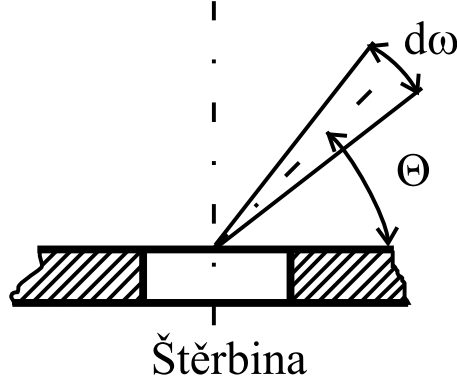
Jestliže jsou atomy emitovány efuzně ze zdroje přes štěrbinu o průměru d a délce přibližně rovné $l = 0$, množství atomů vyletujících pod prostorovým úhlem $d\omega$ ve směru θ je dáno vztahem

$$dN = \frac{d\omega}{4\pi} X n \bar{v} A_S \cos\theta, \quad (6)$$

kde X je parametr určující stupeň disociace (to je poměr množství disociovaných molekul k celkovému počtu molekul), A_S je plocha výstupního otvoru a \bar{v} je střední rychlost částic. Vztah (6) udává počet částic vyletujících pod úhlem θ do malého úhlového prostoru $d\omega$, viz obrázek 7. Abychom dostali celkové množství atomů vyletujících ze zdroje, musíme předešlý vztah (6) integrovat přes celý prostorový úhel 2π a dostaneme výraz

$$N = \frac{1}{4} X n \bar{v} A_S. \quad (7)$$

Ze vztahu (7) můžeme vidět, že počet částic vyletujících do prostoru závisí na koncentraci částic (tlaku), rychlosti částic a velikosti výstupního otvoru. Tlak a velikost jsou omezeny podmínkou (2),



Obrázek 7: Schéma výstupní štěrbiny

zatímco střední rychlost je ovlivněna pracovními podmínkami zdroje. Z těchto důvodů je často výhodnější pro zvýšení efektivity zdroje používat místo striktní podmínky pro efuzi (2) takzvanou tvarovou podmínku

$$d \leq \lambda_A. \quad (8)$$

Tato podmínka není již tak omezující s ohledem na konstrukci extrakčního otvoru. Pak emise atomů je dána kosinovým vyzařovacím zákonem. Tento zákon říká, že atomy opouští extrakční štěrbinu dle kosinové distribuční funkce, která je zobrazena na obrázku 8. Křivka označená $l = 0$ určuje pravděpodobnost emise atomů ze štěrbinu o nulové délce do prostoru pod daným úhlem označeným v diagramu.

2.1.1 Efuze přes dlouhé kanálky

Jestliže budeme uvažovat efuzi plynu přes štěrbinu (kanálek) konečné délky l , dojde ke změně kosinového vyzařovacího zákona dle poměru délky kanálku k průměru kanálku. To je zobrazeno na obrázku 8. Zvolením délky kanálku můžeme kolimovat svazek atomů. Pro efuzi přes dlouhý kanálek délky l platí efuzní podmínka ve tvaru

$$l \leq \lambda_A. \quad (9)$$

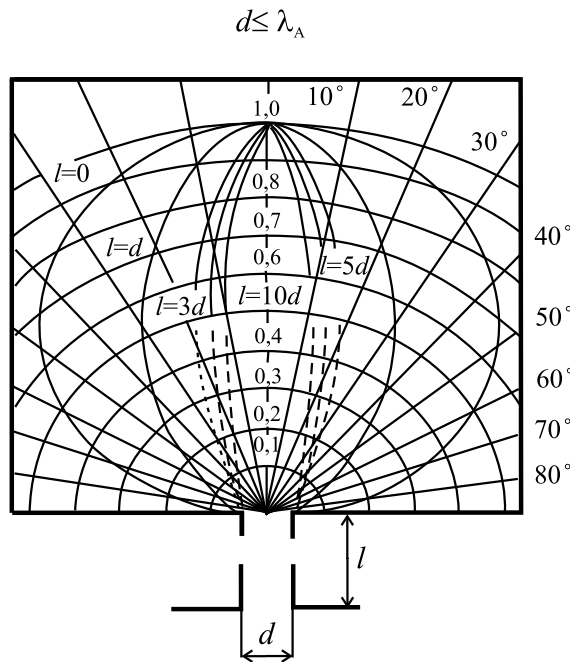
Množství atomů vyletujících ze zdroje dlouhým kanálkem se snižuje oproti ideální štěrbině s uvažovanou nulovou délkou, diskutovanou v odstavci 2. V tomto případě pro emisi atomů můžeme použít vztah (7), opravený o redukční koeficient ξ

$$N = \frac{1}{4} \xi X n \bar{v} A_S. \quad (10)$$

Tento redukční koeficient je bezrozměrnou veličinou a závisí na geometrii extrakčního kanálku. Například redukční koeficient ξ pro štěrbinu kruhového průřezu je roven [8]:

$$\xi = \frac{4d}{3l}. \quad (11)$$

Vztahy pro výpočet dalších druhů koeficientů ξ pro různé profily štěrbin jsou uvedeny v [8].



Obrázek 8: Úhlová distribuční funkce atomů emitovaných z atomárního zdroje přes štěrbinu o průměru d a délce l . Převzato z [8].

Při tvorbě atomárních svazků nás zajímá rozložení intenzity svazku v závislosti na prostorovém úhlu. Toto rozložení je charakterizováno hodnotou polovičního úhlu $\theta_{1/2}$, který je dán vztahem:

$$\theta_{1/2} = \frac{0,84d}{l}. \quad (12)$$

Jedná se tedy o úhel, ve kterém je hodnota intenzity atomárního svazku rovna jedné polovině maximální intenzity.

2.2 Disociace molekul plynu

Chceme-li rozštěpit molekulu kyslíku nebo jiného plynu na jednotlivé atomy, pak je nutné této molekule dodat takzvanou disociační energii. To je energie potřebná k přerušení vazby.

Hlavní složku vazebné energie u dvouatomových molekul plynu, jako jsou například O_2 , N_2 , H_2 , Cl_2 , je atomová (kovalentní) vazba. Tato vazba je typická pro stejnorodé atomy a je charakteristická vznikem elektronových párů. Výsledkem je nepolární molekula, to je molekula se symetrickým rozložením nábojů. Energie takovéto vazby je řádově v jednotkách elektronvoltů. V tabulce 2 jsou uvedeny hodnoty disociační energie vybraných molekul plynu. Dodání potřebné energie pro disociaci může být realizováno pomocí mnoha způsobů:

termální disociace (pyrolýza) – do systému je dodávána tepelná energie, k disociaci dochází pomocí vzájemných srážek molekul,

disociace v plazmatu – v neutrálním plynu se vyvolá plazmatický výboj. Molekuly jsou disociovány za pomoci srážek s elektrony,

Molekula	Cl ₂	H ₂	O ₂	N ₂	CO
$R_O[\text{cm}]$	$2,0 \times 10^{-8}$	$0,75 \times 10^{-8}$	$1,2 \times 10^{-8}$	$1,1 \times 10^{-8}$	$1,13 \times 10^{-8}$
$W_{min}[\text{eV}]$	2,5	4,5	5,1	7,4	11
$[kJ/mol]$	240	458	491	714	1075

Tabulka 2: Hodnoty disociační energie a vzdálenosti jednotlivých středů R_O vybraných molekul plynů [9].

disociace v laserovém svazku (fotolýza) – do systému je za pomoci výkonného laserového svazku dodána disociační energie,

disociace pomocí katalyzátoru – k disociaci molekul dochází při interakci molekul plynu s povrchem katalyzátoru.

2.3 Teplotní disociace

Energie molekul je rozložena okolo rovnovážné hodnoty ε . Tato energie je závislá na teplotě a jen určitý zlomek molekul má hodnotu energie vyšší než je průměrná hodnota.

Během srážek molekul může s určitou pravděpodobností být předána energie, jejíž hodnota je vyšší než vazebná energie molekuly. V takovém případě dojde k disociaci molekuly. Tento způsob disociace je užíván u termálních disociačních zdrojů viz (4.4). Další kolize v systému mohou naopak vést k rekombinaci atomů. Výsledkem rovnovážného stavu je jistá charakteristika určující koncentraci disociovaných molekul – takzvaný stupeň disociace X , který závisí na tlaku a teplotě. Tato veličina X nabývá hodnoty od 0 do 1 a je definována jako poměr parciálního tlaku atomů disociovaných molekul ku celkovému tlaku.

Reakce popsána rovnicí

$$AB \Leftrightarrow A + B, \quad (13)$$

popisuje disociační rovnováhu ve dvouatomovém plynu molekul AB . Poměr disociovaných a rekombinovaných částic je dán teplotou T a je nazýván jako rovnovážná konstanta K_e , která může být vyjádřena výrazem ve formě [10]

$$K_e = \frac{g_A g_B}{g_{AB}} \exp\left(-\frac{\varepsilon_o}{kT}\right), \quad (14)$$

kde ε_o je disociační energie základního stavu molekuly a g_A , g_B , g_{AB} jsou statistické váhy jednotlivých složek molekuly. Pro molekuly skládající se ze stejných atomů může být rovnovážná konstanta dána výrazem

$$K_e(T) = \left(\frac{\pi m_A k T}{h^2}\right)^{\frac{2}{3}} 2k\theta_r \left(1 - \exp\left(-\frac{\theta_v}{T}\right)\right) \frac{g_A^2}{g_{AA}} \exp\left(-\frac{\varepsilon_o}{kT}\right), \quad (15)$$

kde m_A je atomová hmotnost, θ_v charakteristika teplotních vibrací, $\theta_r = \frac{h^2}{8\pi^2 k I}$ je teplotní charakteristika rotace s momentem setrvačnosti I , [8].

Například pro disociaci ve vodíkovém plynu, kdy rovnovážná konstanta závisí jen na absolutní teplotě T , se vztah (15) redukuje na [11]

$$K_e(T) = \frac{(g_H)^2}{g_{H_2}} \exp\left(-\frac{\varepsilon_o}{kT}\right) = \frac{(NH)^2}{NH_2}, \quad (16)$$

kde N_{H} a N_{H_2} jsou rovnovážné koncentrace atomů a molekul vodíku v daném objemu. Koncentrace můžeme nahradit parciálními tlaky jednotlivých složek

$$\frac{(N_{\text{H}})^2}{N_{\text{H}_2}} = \frac{(p_{\text{H}})^2}{p_{\text{H}_2}} = K_{\text{e}}(T), \quad (17)$$

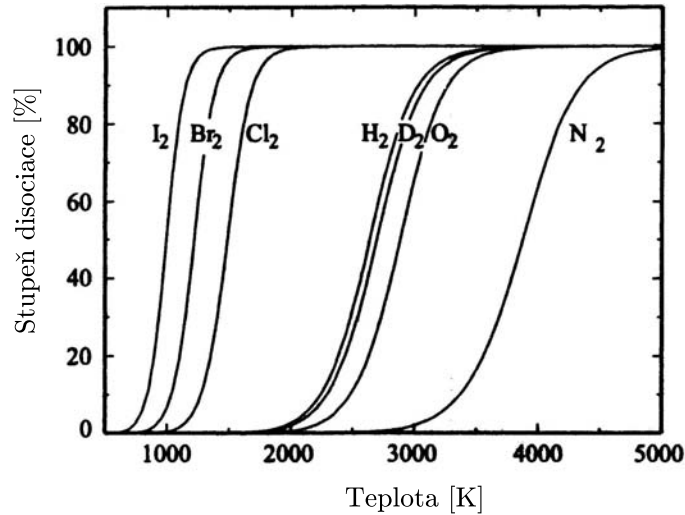
kde p_{H} a p_{H_2} jsou parciální tlaky atomů a molekul vodíku. Celkový tlak p je pak roven součtu jednotlivých parciálních tlaků a pro vodík můžeme psát

$$p = p_{\text{H}} + p_{\text{H}_2}. \quad (18)$$

Stupeň disociace X můžeme vyjádřit pomocí rovnic (16), (17) a (18) jako

$$X = \frac{-K_{\text{e}}(T)}{p} + \frac{1}{2} \sqrt{\left(\frac{K_{\text{e}}(T)}{p} \right)^2 + 4 \frac{K_{\text{e}}(T)}{p}}. \quad (19)$$

Jestliže známe rovnovážnou konstantu $K_{\text{e}}(T)$, pak můžeme stupeň disociace vyjádřit pro jiné molekuly použitím obdobného postupu, jako jsme užili pro molekulu vodíku. Při pokojové teplotě je stupeň disociace dosti malý. Na obrázku 9 je uvedena závislost stupně disociace dvouatomových plynů na teplotě. Disociační hodnoty byly určeny pro tlak 1 torr [8].



Obrázek 9: Stupeň disociace X dvouatomových molekul jako funkce teploty při tlaku 1 torr [1].

3 Detekce atomárních a iontových svazků

3.1 Detekce atomárních svazků a měření stupně disociace

Při klasifikaci atomárních a iontových zdrojů hodnotíme zpravidla následující vlastnosti atomárního svazku:

- profil svazku,
- divergenci atomárního svazku,
- složení atomárního svazku,
- energii částic obsažených ve svazku.

K měření zmíněných vlastností bylo vyvinuto mnoho rozličných detekčních metod. V následující kapitole jsou některé detekční metody popsány podrobněji. Detekční metody byly převážně popsány s důrazem na atomární a iontové zdroje, kterým je věnována tato práce (termální zdroj atomů kyslíku a vodíku, iontově–atomární zdroj sloužící k depozici GaN). U atomárních svazků o nízké (termální) energii nebo s nízkou koncentrací částic v atomárním svazku často dochází k problémům s jejich detekcí, protože atomární svazky mají velmi podobné vlastnosti jako atomy zbytkových plynů. Často také nastávají případy, kdy hustota detekovaných svazku je menší než hustota reziduálních plynů (měření rozptýlených nebo odražených svazků). Obvykle používané metody mohou být rozděleny do následujících skupin dle principů detekce:

- akumulační detektory,
- silové (momentové) detektory,
- povrchově-ionizační detektory,
- ionizační detektory,
- termální detektory,
- fotoemisní detektory.

3.1.1 Akumulační detektory

Jedná se o jeden z nejstarších principů detekce atomárních svazků využívající hromadění látky na detektoru.

Chemické terče: K detekci vybíráme takový materiál terče, který chemicky reaguje s dopadajícími atomy. Tato reakce způsobuje viditelné změny na povrchu terče. Například pro detekci vodíkových atomů se používají terče MoO_3 nebo WO_3 a pro atomy kyslíku PbO [1]. Žlutá barva těchto oxidů se při interakci s atomárním svazkem mění na modrou v druhém případě se terč zbarví do hněda, protože dojde k přeměně PbO na PbO_2 . Touto metodou lze rozlišit atomy vodíku H, popřípadě kyslíku O, od molekul těchto prvků, které s uvedenými povrchy nereagují. K detekci atomárního kyslíku se úspěšně využívá také stříbrný terč. Je známo, že stříbro reaguje pouze s atomárním kyslíkem (zatímco s molekulárním nereaguje) [12]. Při reakci stříbra s atomy kyslíku, kdy vzniká oxid stříbra Ag_2O_3 , lze princip detekční metody založit na pozorování změn fyzikálních vlastností detektoru. Jako příklad lze uvést pozorování změny odrazivosti viditelného světla vrstvy nebo měření změny povrchové vodivosti stříbra [13] a další.

Mikrováhy (krystalový měřič): Vážení deponovaného materiálu je další z možností detekce atomárních svazků. Mikrováhy mohou být složeny z pružné spirály a změna polohy spirály pak poukazuje na množství kondenzujících částic na substrátu (hmotnost depozitu). Tímto způsobem lze detekovat časovou změnu hmotnosti až $10^{-7} - 10^{-8} \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}$.

O mnoho vyšší citlivosti můžeme dosáhnout měřením rezonanční frekvence křemíkového krystalu (*Quartz Crystal Microbalance*). Při dopadu a ulpění částic svazku na krystalu se mění jeho hmotnost a současně také rezonanční frekvence. Při detekci se pak množství deponovaného materiálu spočte ze změny rezonanční frekvence. Citlivost těchto vah dosahuje až $10^{-12} \text{ g}\cdot\text{cm}^{-2}$. Krystalový oscilátor od firmy „SYCON“ typu STM-100 / MF je používán také v laboratoři na Ústavu fyzikálního inženýrství v Brně [14].

K detekci atomárního kyslíku ve svazku lze například užít modifikovaný krystalový měřič [15]. Povrch tohoto měřícího křemíkového krystalu je pokryt tenkou vrstvou stříbra, která reaguje jen s atomárním kyslíkem, jak je popsáno v části 3.1.1. Krystalový měřič pak reaguje na nárůst oxidu stříbra, který je způsoben dopadem atomárního kyslíku. Oxid stříbra na povrchu detekčním krystalu je možno následně odstranit dopadem atomárního vodíku [16]. Jedná se o kombinaci dvou detekčních principů mikrovah a chemických terčů.

Polovodičové detektory: Využívají měření změny vodivosti povrchu polovodičů, která je způsobena chemisorbcí dopadajících částic na detektor, což je příčinou zvýšení (snížení) elektronové hustoty ve vodivostním pásu. Jako příklad můžeme uvést experiment, při kterém byl povrch MoO_3 použit k detekci vodíkových atomů. K detekci kyslíkových nebo také vodíkových atomů lze použít mědi nebo lithiem dopovaný ZnO krystal [1]. Detekční limit těchto detektorů je řádově 10^9 atomů $\cdot\text{s}^{-1}$.

Kondenzační terče: Atomární svazek dopadá na terč, na kterém roste vrstva. Samotnou detekci můžeme provádět vizuálním pozorováním terče, kde sledujeme stopu nadeponované vrstvy. Pozorování stopy může být velmi subjektivní záležitostí, především při nízké koncentraci pokrytí terče. Přestože je tato metoda jen orientační, stále se v oborech zabývajících se atomárními a molekulárními svazky používá.

Detekce radioaktivního záření: Jedná se o vysoce citlivou metodu detekce atomárních svazků složených z radioaktivních izotopů, které se usazují na terči. Následně po vytažení vzorku z vakuového systému lze měřit míru radioaktivního záření. Touto metodou lze detekovat i malé pokrytí vzorku (10^{10} atomů).

3.1.2 Silové (momentové) detektory

Tyto detektory využívají měření momentu síly, který je způsoben dopadem částic na „misky“ citlivých vah. Často se měří změna torzního momentu po zapnutí atomárního svazku. Atomární svazek dopadá na lopatky torzních vah, které jsou v ose rotace zavěšeny na tenkém vlákně (zlatem pokrytý wolframový drát o průměru $25 \mu\text{m}$). Tyto váhy jsou schopny měřit kroutící moment menší než $10^{-12} \text{ N}\cdot\text{m}\cdot\text{rad}^2$, což odpovídá měření síly 10^{-20} N [17, 18].

3.1.3 Povrchová ionizace (Langmuirův-Taylorův detektor)

Atomy a molekuly mohou být ionizovány při dopadu na kovový povrch. To je způsobeno výměnou náboje mezi atomem povrchu a částicí. Je-li je teplota povrchu dostatečně vysoká, dochází k odpařování nabitých částic. Ty mohou být detekovány na sběrné elektrodě. Vzniklý iontový proud je

úměrný počtu dopadajících atomů. Tohoto principu se využívá u takzvaného Taylorova – Langmuirova detektoru atomárních svazků (prvně užit v roce 1923).

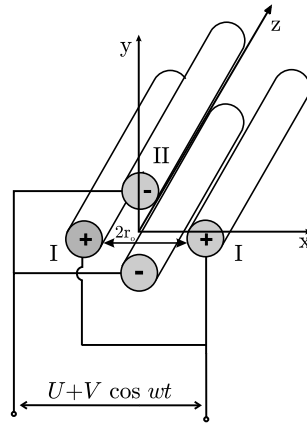
3.1.4 Ionizace elektrickým polem

K detekci neutrálních atomů a molekul může být použita ionizace elektrickým polem. K ionizaci částic v základním stavu je nutno použít velmi vysoká pole, ta jsou však k detekci používána výjimečně. Slabší pole jsou častěji použita k detekci tzv. Rydbergových atomů. Jedná se o atomy v excitovaném stavu s vysokým kvantovým číslem n , které mají slabě vázané valenční elektrony.

3.1.5 Univerzální detektory

Jedná se o detektory, které mají široké využití ve vakuové fyzice. Příkladem takového univerzálního detektoru může být kvadrupólový hmotnostní analyzátor.

Kvadrupólový hmotnostní analyzátor: Kvadrupólový hmotnostní spektrometr umožňuje rozlišovat ionty podle poměru náboje a hmotnosti (q/m). Je založen na principu využívání nehomogenního elektrického pole, které je vytvářeno mezi čtyřmi pólovými nástavci (viz obrázek 10). Poloměr válcových elektrod je $1,16$ násobek poloměru r_0 vepsané kružnice mezi elektrodami. Na tyto nástavce je přiváděno střídavé napětí, které vytváří elektrické pole, jenž je v blízkosti osy z nejvíce podobné hyperbolickému poli.



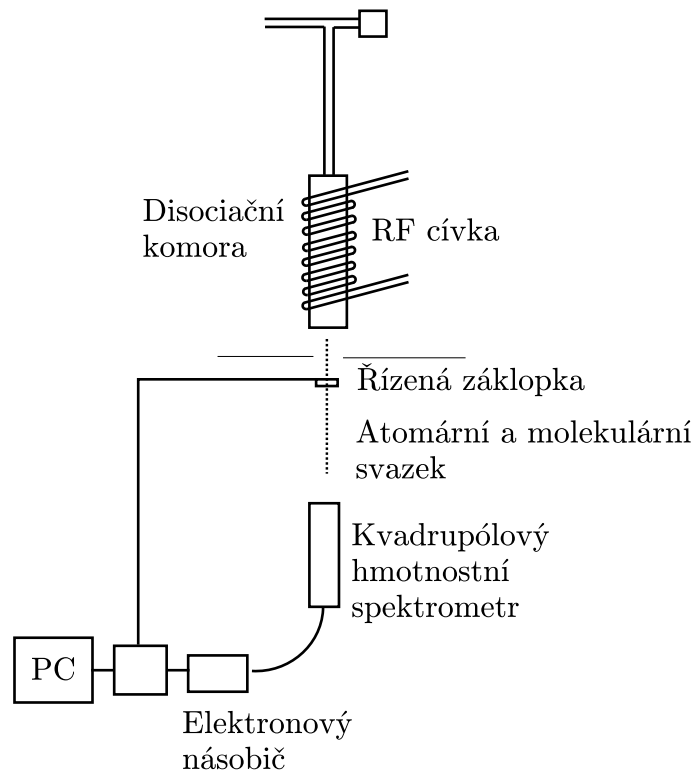
Obrázek 10: Schéma kvadrupólových nástavců používaných v hmotnostním spektrometru. Převzato z [1].

Střídavé napětí je přiváděno na páry protějších elektrod označených I a II s průběhem

$$\phi_I(t) = U + V \cos(2\pi ft), \quad (20)$$

$$\phi_{II}(t) = -U - V \cos(2\pi ft), \quad (21)$$

kde U je stejnosměrné napětí, V je amplituda střídavého napětí, f je jeho frekvence a t je čas. Pro hodnoty U , V a f existují dvě řešení pohybových rovnic nabitých částic v závislosti na jejich hmotnosti. V prvním případě částice osciluje kolem osy z , v druhém případě osciluje s amplitudou větší než je poloměr r_0 a naráží do pólových nástavců. Vhodným nastavením U , V a f lze dosáhnout propuštění pouze těch částic, jejichž hmotnost se nachází v požadovaném intervalu.



Obrázek 11: Schéma uspořádání experimentu pro měření stupně disociace. Převzato z [19].

Způsob měření stupně disociace s využitím hmotnostní spektrometrie byl použit pro měření molekul dusíku N_2 [19]. Uspořádání takového experimentu je uvedeno na obrázku 11. K disociaci dusíku byl použit vysokofrekvenční disociační atomární zdroj. Svazek částic z tohoto zdroje byl nasměrován k vstupní části kvadrupólového hmotnostního analyzátoru. Před vstupem do vnitřního prostoru hmotnostního spektrometru dochází k ionizaci měřených částic. Kvadrupólový hmotnostní spektrometr je nastaven tak, aby vybíral jen molekuly N_2^+ . Tyto ionty jsou směřovány do elektronového násobiče, kde se intenzita dopadajících (atomů) molekul mění na elektrický signál. Tento signál je zpracováván a zaznamenáván pomocí připojeného počítače. Stupeň disociace X pak vypočteme dle vztahu

$$X = \frac{(S_2 - S_1)}{S_2}, \quad (22)$$

kde S_1 je naměřená intenzita příslušného signálu N_2^+ při zapnutém plazmatickém výboji a S_2 bezprostředně po zhasnutí výboji v disociační komoře atomárního zdroje [19, 20].

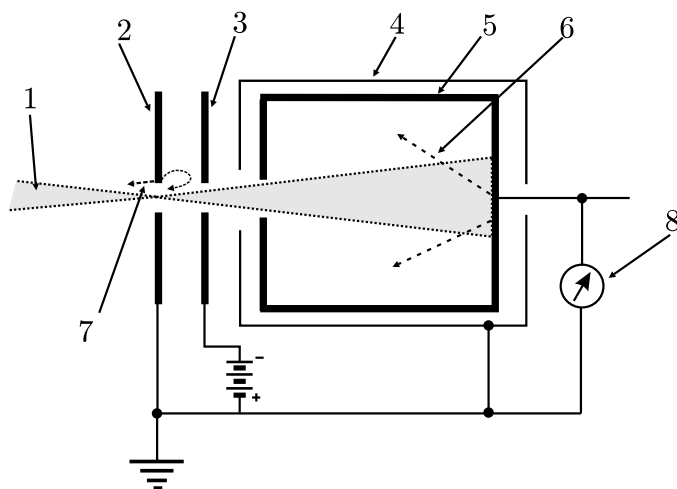
3.2 Detekce iontových svazků

Při detekci iontů se převážně využívá jejich základních fyzikálních vlastností, kterými jsou náboj a hmotnost.

Snad nejjednodušším možným způsobem detekce iontů je použití jednoduché elektrody, kterou měříme proud mezi touto elektrodou a zemí. Tento proud nám určuje množství iontů dopadajících na elektrodu. Nejjednodušší detektor má často tvar tenkého drátu. Jedná se o orientační měření iontového proudu.

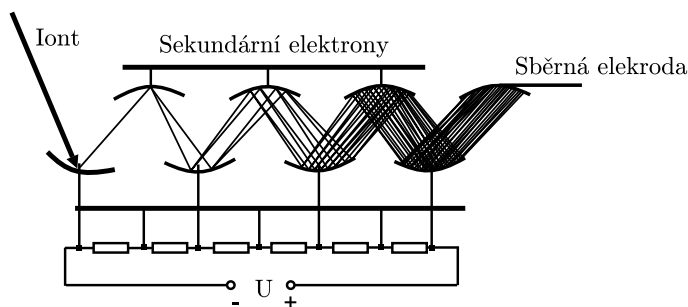
3.2.1 Faradayova cela

Jednoduchý iontový detektor se sestává z uzavřené kovové klece s otvorem pro vstup iontů, jak je znázorněno na obrázku 12.



Obrázek 12: Faradyova sonda: 1 - iontový svazek, 2 - vstupní otvor, 3 - decelerační elektroda, 4 - stínící obal, 5 - Faradayova cela, 6 a 7 - sekundární elektrony, 8 - měření iontového proudu.

Výhodou užití Faradayovy sobdy v porovnání se samostatnou elektrodou je skutečnost, že ionty, které jsou po dopadu na povrch odraženy, již nemají možnost z klece uniknout. Celé tělo Faradayovy klece je stíněno obalem, který zamezuje dopadu zbloudilých nabitých částic, které by mohly zkreslit měření. U vstupního otvoru je decelerační elektroda. Tato elektroda je zpravidla na záporném potenciálu a zamezuje úniku sekundárních elektronů z cely. Tyto elektrony vznikají zpravidla při dopadu iontu na vnitřní stěny Faradayovy klece. Proud elektronů, které by unikly, by snižoval hodnotu měřeného iontového proudu. Tato decelerační elektroda také odpuzuje sekundární elektrony vznikající při dopadu iontů na vstupní otvor.



Obrázek 13: Principiální schéma zapojení elektronového násobiče k detekci iontů. Převzato z [1].

3.2.2 Elektronový násobič

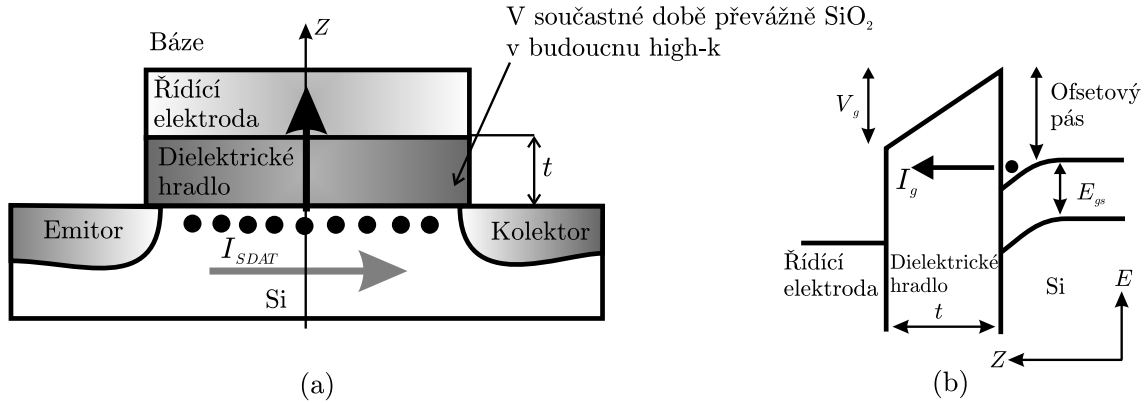
K detekci iontů se také používá elektronový násobič. Skládá se z elektrody, na kterou dopadá iont vyvolávající sekundární emisi elektronů. Ty jsou poté urychlovány napětím druhé elektrody a při

dopadu způsobují další sekundární emisi elektronů. Principiální uspořádání elektronového násobiče je zobrazeno na obrázku 13. Tento proces se opakuje až se zvýší proud natolik, že je měřitelný. V poslední době se také hojně začínají používat multikanálkové násobiče, které zaručují velké zesílení a dobré statistické vlastnosti pro počítání pulsů.

4 Termální disociační atomární zdroje

4.1 Termální svazky atomů kyslíku – aplikace

V současné době je oxidovým vrstvám věnována zvýšená pozornost. Důvodem tohoto zvýšeného zájmu je snaha vytvářet ultratenké dielektrické vrstvy s vysokou permitivitou – takzvané ”high- k ” vrstvy (ZrO_2 , HfO_2 , Al_2O_3). Uvedené vrstvy se jeví jako velmi perspektivní v oblasti vývoje a výroby nové generace CMOS polovodičových obvodů. Předpokládá se, že by tyto materiály mohly nahradit současné izolační vrstvy SiO_2 mezi hradlem a kanálem v tranzistorech MOSFET (viz obrázek 14) [21, 22].



Obrázek 14: (a) Schéma řezu tranzistorem MOSFET podél kanálku. Černé body představují proud nábojů kanálkem. (b) Energiový pásový diagram kolmý na kanálek, E_{gs} je šířka zakázaného pásu křemíku.

Velikost tranzistoru je ovlivněna dvěma parametry: rychlostí a ztrátovým výkonem. Rychlost tranzistoru, která je závislá na řídicím proudu, může být zvýšena tím, že snížíme ztrátový výkon tranzistoru. Stálý ztrátový výkon závisí na celkovém rozptýleném proudu. Proud, který proniká z kanálku skrz dielektrické hradlo tranzistoru I_g , může představovat hlavní složku nežádoucích ztrátových proudů. Na druhé straně řídicí proud tranzistoru I_{SDAT} může být zvýšen tak, že zvýšíme množství náboje v kanálku tranzistoru, který je úměrný kapacitě dielektrického hradla C_{ox} . Jinými slovy

$$I_{SDAT} \propto \mu C_{ox}, \quad (23)$$

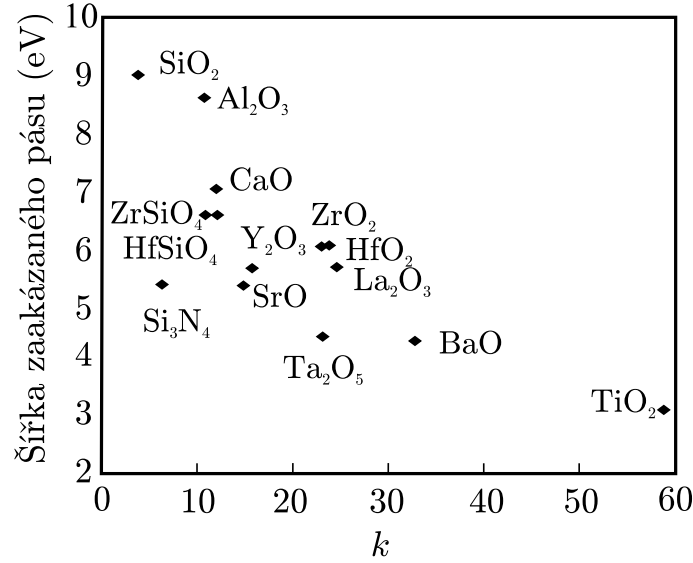
kde μ je efektivní pohyblivost elektronů v kanálku, viz obrázek 14 (a). Abychom dosáhli vysokou hodnotu kapacity C_{ox} , musíme snížit tloušťku t dielektrického hradla

$$C_{ox} \propto \frac{k}{t}, \quad (24)$$

kde k je dielektrická konstanta. Tenčí dielektrická vrstva nicméně snižuje účinnost bariéry mezi tranzistorovým kanálkem a řídicí elektrodou. Výsledkem je vyšší tunelovací proud dielektrikem, který vzrůstá exponenciálně se snižováním tloušťky t . Z těchto důvodů je alternativní cestou zvyšování kapacity hradla použitím materiálů s vysokou hodnotou dielektrické konstanty k při zachování dostatečné tloušťky pro potlačení tunelovacího proudu [22]. Další nevýhodou SiO_2 je jeho amorfni struktura a snadná difuze jiných příměsových nežádoucích prvků.

Hlavní kritéria kladená na high- k vrstvy jsou termodynamická stabilita a elektrické vlastnosti, jako například výška bariéry, konstantní hustota náboje, vodivostní mechanismy. Ačkoliv objemové

vlastností těchto materiálů s vysokou permitivitou jsou dobře charakterizovány, málo je toho známo o tenkých vrstvách ($< 100 \text{ \AA}$) připravovaných na křemíkových substrátech.

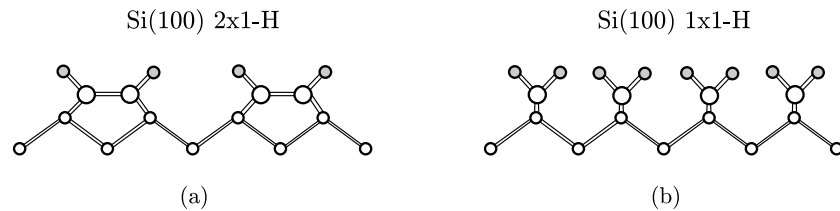


Obrázek 15: Přehled dielektrických konstant k různých oxidových materiálů a šířky jejich zakázaných pásů. Převzato z [22].

Termální svazky atomů kyslíku mohou být použity k růstu ultratenkých oxidových vrstev s vysokým k v UHV podmínkách. Svazky atomů kyslíku jsou rovněž vhodné pro nízkoteplotní čištění vzorků [24], které nám umožní odstranění naadsorbovaných uhlíkových nečistot na substrátu (tvorba plynného CO , CO_2).

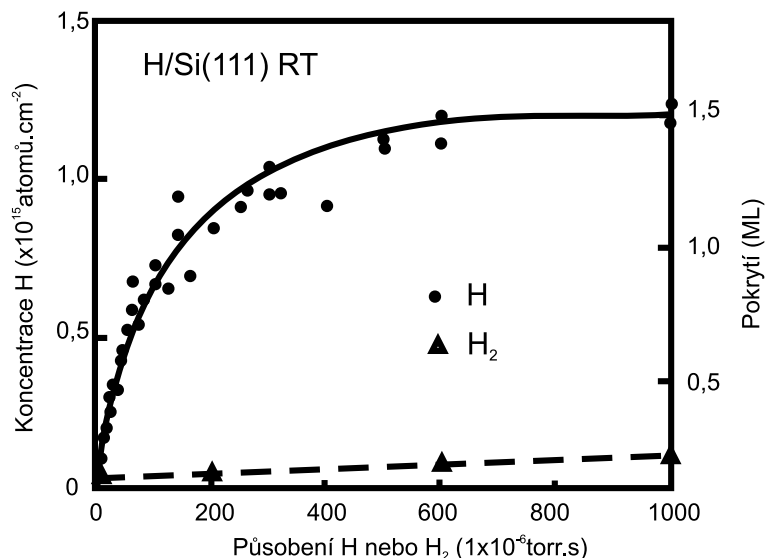
4.2 Termální svazky atomů vodíku - aplikace

Studia interakce různých povrchů s atomy vodíku patří mezi přední témata oborů fyziky povrchů. Při studiu se často svazky atomů vodíku používají jako účinný nástroj k tzv. pasivaci povrchů. Při takovémto „procesu“ se obsadí vodíkem volné vazby na povrchu substrátu a sníží schopnost chemicky na sebe vázat okolní atomy (nečistoty) - zpravidla se jedná o vysoce reaktivní molekuly kyslíku O_2 . Na obrázcích 16(a) a 16(b) jsou zobrazena schémata pasivovaných povrchů $\text{Si}(100) 2 \times 1\text{-H}$ (monohydride) a $\text{Si}(100) 1 \times 1\text{-H}$ (dihydride). Vodíkové atomy zaplňující volné vazby na povrchu jsou znázorněny pomocí kroužků s šedou výplní, atomy křemíku Si představují nevyplněné kroužky.



Obrázek 16: Schematická struktura uspořádání povrchové fáze na povrchu $\text{Si}(100)$: (a) $\text{Si}(100) 2 \times 1\text{-H}$ (monohydride), (b) $\text{Si}(100) 1 \times 1\text{-H}$ (dihydride). Křemíkové atomy jsou zobrazeny jako nevyplněné kroužky a atomy vodíku jsou malé šedé kroužky [25].

Pasivace povrchu křemíku se nejčastěji realizuje pomocí dvou metod, a to leptáním ve 2% kyselině fluorovodíkové (HF) nebo vystavením povrchu v UHV podmínkách atomárnímu vodíku. Atomární vodík H je mnohem reaktivnější než jeho molekulární forma H_2 . Jako příklad uvedeme povrch Si(111) 7×7 , který byl vystaven molekulárnímu a poté atomárnímu vodíku [26]. V případě atomárního vodíku došlo k poměrně rychlé pasivaci povrchu na rozdíl od molekulární podoby H_2 , viz obrázek 17.



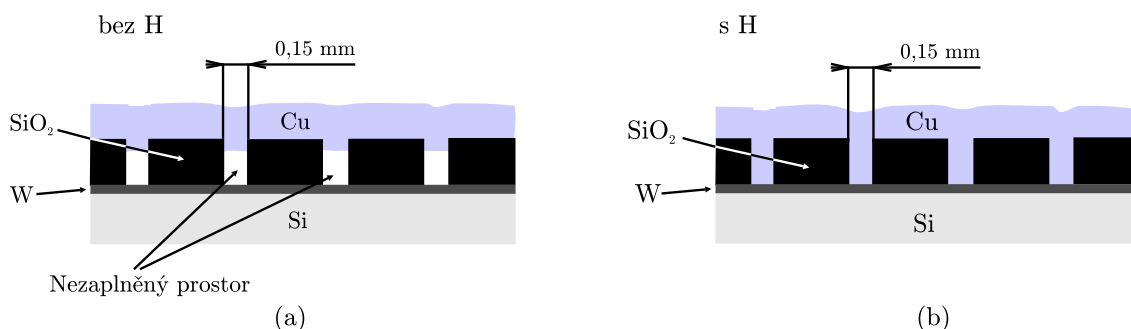
Obrázek 17: Koncentrace a pokrytí povrchu Si(111) 7×7 vodíkem při pokojové teplotě [26].

Takto pasivovaný povrch atomy vodíku v mnoha případech může i výrazně ovlivnit „růstový mód“ vrstvy (1.1.2). Například stříbro deponované na čistý povrch Si(111) 7×7 za pokojové teploty roste v módu vrstva po vrstvě, zatímco za zvýšené teploty nad 200°C již vyrůstá v tzv. Stranskiho – Krastanově módu. Jestliže povrch křemíku před depozicí stříbra vystavíme svazku atomů vodíku, pak i při teplotě nad 200°C roste stříbro stále v módu vrstva po vrstvě [27].

Změnu růstových vlastností způsobených atomárním vodíkem lze také využít při nízkoteplotním pokovování rozličných nanostruktur. To se například týká pokovování SiO_2 pásek na povrchu Si, které jsou schematicky znázorněny na obrázku 18. Na tyto pásky byla nanášena vrstva mědi, která bez použití asistence vodíkových atomů nevyplnila dokonale prostor kanálku mezi jednotlivými pásy na povrchu. Asistencí vodíkových atomů při samotné depozici dochází k zvýšení difuze atomů na povrchu a tím k dokonalému vyplnění mezer [28].

Určení koeficientu ulpění, geometrického uspořádání a elektronové struktury hydridů je předmětem základního studia fyziky povrchů. Také při přípravě ultratenkých vrstev (nanostruktur) v procesech molekulární svazkové epitaxe (MBE) je čištění povrchů substrátu velmi důležitým aspektem pro získávání vysoce kvalitních epitaxních vrstev. Čistota povrchu vzorků je také velmi důležitá při jejich studiu. K odstranění nečistot z povrchu vzorku ve vakuu se zpravidla používá různých metod, ke kterým patří:

- leptání (odprašování) povrchu pomocí iontových svazků,
- odstranění nečistot pomocí vysoké teploty povrchu,
- mechanické odštipnutí povrchové vrstvy přímo v UHV.



Obrázek 18: Schematické znázornění průřezu pásů SiO_2 pokovovaných vrstvou mědi: (a) bez asistence atomárního vodíku, (b) s asistencí atomárního vodíku.

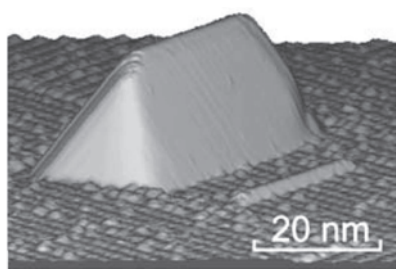
Nevýhodou čištění povrchu substrátu pomocí iontového leptání může být amorfizace povrchu, změna chemického složení, vliv nerovnoměrného odprašování různých prvků a v případě studia multivrstev může docházet k nežádoucímu promíchání jednotlivých vrstev. V případě čištění povrchu substrátu metodou ohřevu často dochází k nedokonalé desorpci některých nežádoucích prvků, případně k nežádoucí změně krystalového uspořádání či změně povrchové rekonstrukce.

Jednou z alternativních čisticích metod může být tzv. „nízkoteplotní čištění“ pomocí nízkoenergetických atomů vodíku. Při této metodě je povrch substrátu vystaven dopadajícím atomům vodíku, které na povrchu chemicky reagují a tvoří s nečistotami rozličné sloučeniny (hydridy karbidu, H_2O , HO , ...). Takovéto sloučeniny zpravidla mají podstatně nižší teplotu potřebnou k desorpci z povrchu. Tento způsob čištění byl použit k odstranění adsorbovaných uhlíkových a kyslíkových nečistot z povrchu GaAs [29, 30]. Metoda byla poté úspěšně použita také pro jiné substráty, jako jsou například InN [31], Cu [32].

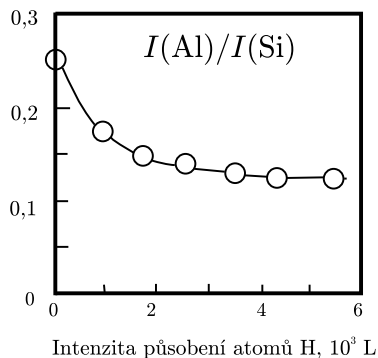
Další využití svazků atomů vodíku skýtá samotný epitaxní růst polovodičových a ultratenkých vrstev, kde dochází vlivem asistence vodíkových atomů ke zkvalitnění rostoucí vrstvy (redukce defektů). V literatuře je tato metoda nazývána molekulární svazkovou epitaxí s asistencí vodíku (*Atom Hydrogen Assisted Molecular Beam Epitaxy*). Jako příklad lze uvést GaAs vrstvy, které vykazují horší kvalitu, jsou-li vytvářeny běžným způsobem. Tyto epitaxní vrstvy se vyznačují vysokou hustotou dislokací (10^6 cm^{-2}). Jestliže při procesu tvorby GaAs vrstvy pomocí MBE na Si(100) necháme na vzorek současně dopadat svazek atomárního vodíku, dojde k výraznému poklesu těchto nežádoucích dislokací, až pod hodnotu 10^4 cm^{-2} [33, 34, 35].

Zajímavé efekty také přináší interakce atomárního vodíku s kovy na křemíkovém substrátu. V devadesátých letech Oura se svou skupinou [36] zjistil, že 2D povrch Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Ag se při ozáření atomárním vodíkem transformuje na 3D ostrůvky. Následující výzkum tohoto efektu ukázal, že se jedná o charakteristické chování, které je typické pro mnoho kovů [37, 38]. K dosažení kontrolovaného růstu nanostruktur na povrchu je nutno získat znalosti o vlivech mnoha parametrů (struktura a teplota povrchu, tlak či doba působení atomárního vodíku) a efektech působících na formování nanoklastrů (tvar, velikost a hustota nanoklastrů na povrchu). Možnosti této metody lze demonstrovat na příkladě Al nanoklastrů vytvořených vystavením povrchu Si(100) $c4 \times 12$ - Al působení 300 Langmuirů (L)² atomárního vodíku při teplotě 475 K [39]. Takto vzniklé klastry jsou zobrazeny na obrázku 19 (a) získaném pomocí STM. Představu o procesech formování 3D nanoklastrů lze získat také ze závislosti změny poměrů intenzit Augerových píků Al a Si. Tato závislost je zobrazena na obrázku 19 (b), kde je patrná změna pokrytí povrchu hliníkem.

²1 L je působení molekul na povrch při tlaku 1×10^{-6} torr po dobu 1 s.



(a)



(b)

Obrázek 19: Vystavení ultratenké vrstvy polovodič-kov (Si-Al) atomárnímu vodíku vede ke vzniku nanoklastrů na povrchu. (a) Al nanoklastry vzniklé na povrchu Si(111) 7×7 , měřeno pomocí STM. (b) Poměr intenzit Augerových píků $I(\text{Al})/I(\text{Si})$ v závislosti na působení atomů vodíku. Převzato z [39].

Vodíkové svazky mohou také nalézt významné uplatnění při uskutečňování tzv. selektivního růstu. Selektivní růst materiálu na povrchu se dnes jeví jako velmi perspektivní metoda přípravy nanosoučástek pro elektroniku a optiku [40].

4.3 Disociační zdroje atomárního kyslíku a vodíku

Molekula kyslíku má poměrně velkou disociační energii ($E_{\text{dis}} = 5,1$ eV), také disociační energie molekuly vodíku je poměrně vysoká ($E_{\text{dis}} = 4,5$ eV). Proto technologie disociace těchto molekul je dosti náročná jak na realizaci, tak i výběr způsobu provedení. Značné nároky jsou také kladeny na použité materiály a konstrukci atomárního zdroje.

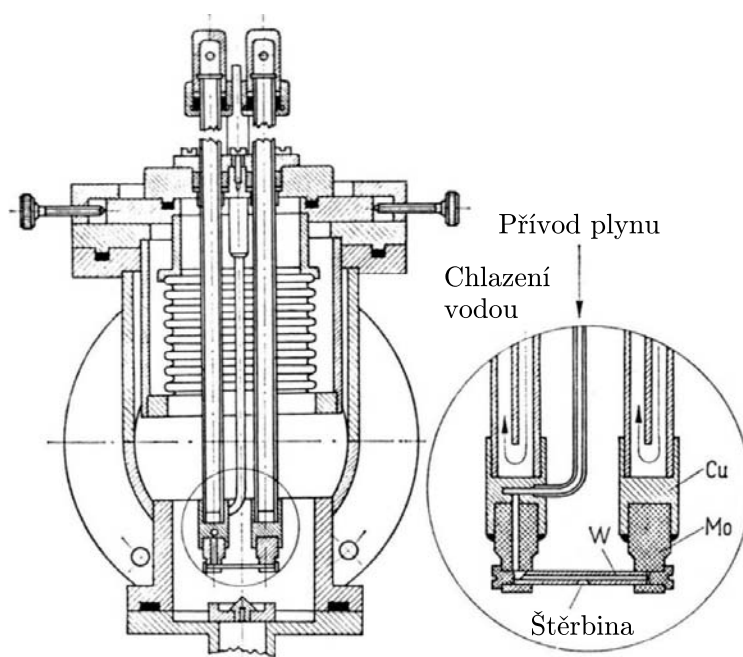
4.3.1 Termální disociační zdroje

Základem většiny pevnolátkových atomárních zdrojů je malá pícka, která slouží jako zásobník materiálu. V případě plyných atomárních zdrojů je nutno materiál svazku dodávat do pracovní části zdroje řízeně ze zásobníku, například z tlakové láhve přes UHV ventil.

V mnoha případech se za pokojové teploty vyskytují plyny pouze v molekulární podobě. Většinou se jedná o dvouatomární molekuly, jako jsou například O_2 , N_2 , H_2 a další. Jestliže chceme získat jednotlivé atomy těchto molekul, musíme dodat aktivační energii potřebnou pro jejich disociaci. Jednou z možností dodání potřebné disociační energie je ohřátí plynu na potřebnou teplotu. Ohřev je realizován v disociačním prostoru (disociační komoře) termálního zdroje. Odtud již jednotlivé atomy proudí efuzním tokem (kapitola 2.1) do UHV komory. Tímto způsobem získáme jednotlivé atomy o nízké kinetické energii ($0,1 - 1$ eV).

Nevýhodou termálních disociačních zdrojů je nutnost dosažení vysoké teploty (~ 2000 K), která je potřebná k disociaci molekul. Vysoká teplota jednotlivých součástí zdroje zapříčiňuje desorpci plynu ze stěn zdroje do vakuové komory, což má negativní vliv na udržení nízkého tlaku v depoziční komoře.

Termální disociační zdroje jsou vhodné k vytváření svazků obsahujících atomy v základním stavu. Tyto atomy jsou zvláště vhodné k experimentům, které se zabývají studiem elementárních procesů doprovázející srážky atomů s povrchy, nebo s jinými atomárními (molekulárními) svazky.



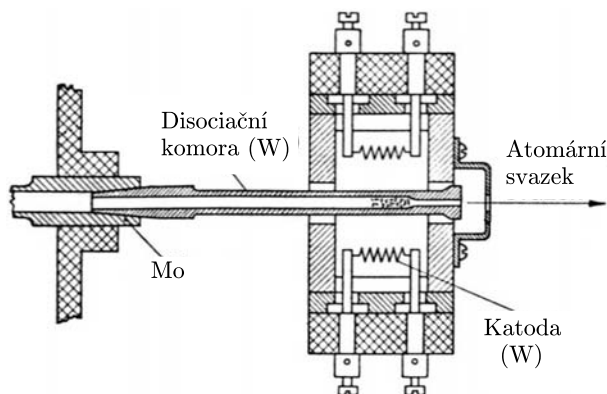
Obrázek 20: Vályiho verze disociačního zdroje s řízenou žhavicí teplotou ve wolframové disociační komůrce [8].

Ohřev disociační komory u termálních zdrojů může být uskutečňován průchodem elektrického proudu disociační komorou. Ukázka takového konkrétního zdroje s řízenou teplotou ve wolframové komůrce je na obrázku 20. Jedná se o konstrukční návrh [8] Vályiho verze atomového disociačního zdroje. Parametry (tlak a teplota) při disociaci jsou nastaveny podle disociovaného materiálu. Pro tvorbu vodíkových atomových svazků byla použita žhavicí teplota v rozmezí 2500 K až 2800 K a tlak v komoře 79,9 Pa. Tyto parametry byly dosaženy elektrickým proudem v rozmezí od 80 A do 120 A při elektrickém napětí od 1,2 V do 2 V. Extrakční otvor měl průměr $d = 0,3$ mm. Wolframová komora byla upevněna na molybdenových podpěrách, které byly chlazeny vodou, jak ukazuje obrázek 20. V tomto typu disociačního zdroje byl dosažen stupeň disociace vodíkových molekul v rozmezí $X = 0,65 - 0,9$ při teplotě 3000 K.

Další možností, jak žhavit disociační komoru, je použití elektronového bombardu. Uspořádání takového experimentálního zařízení je zobrazeno na obrázku 21. Jedná se o Heberleichovou - Reichichovou - Kuschiovu verzi disociačního zdroje s elektronovým bombardováním [8]. Okolí extrakční štěrbině je ohříváno dopadem elektronů o energii 2000 eV a proudem 10 mA, který zvýší teplotu disociační komory na hodnotu (2500 – 2600 K). Disociační komůrka, vyrobená z wolframu, je připojena na potenciál země. Na jejich koncích jsou na leštěných spojích nasazené molybdenové objímky.

V roce 1974 byl používán Geddesem a jeho skupinou zdroj termálních svazků atomů kyslíku, který byl určen ke studiu srážek molekulárních svazků. Iridiová disociační komůrka tohoto zdroje byla žhavena průchodem proudu na teplotu 1800 až 2100 K. Při experimentech bylo dosahováno stupeň disociace $X = 0,6 - 0,8$. Tento zdroj byl před vstupem atomárního svazku do měřicí vakuové komory diferenciálně čerpán dvojicí difuzních vývěv [41].

V roce 1985 byly publikovány výsledky skupiny shromážděné kolem B. van Zyla, která se snažila disociovat molekuly kyslíku O_2 a vodíku H_2 . Cílem této skupiny bylo zkonstruovat atomární zdroj,



Obrázek 21: Heberleischovo-Reichichovo-Kuschiho verze disociačního zdroje s elektronovým bombardováním wolframové komory [8].

který by umožnil získat:

- vysokou intenzitu atomárního svazku v interakční oblasti (10^{11} cm^{-3}),
- vysoký stupeň disociace molekul O_2 i H_2 .

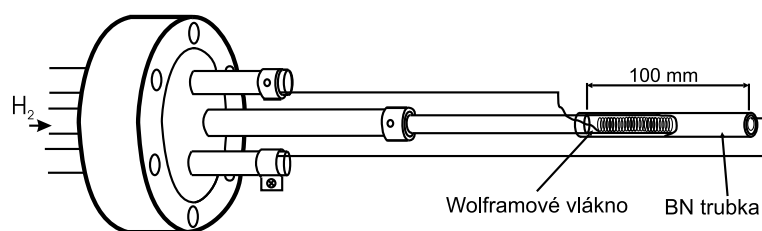
Tento atomární zdroj byl určen k měření elektronsrážkové ionizace atomů kyslíku O a vodíku H.

Disociační komůrka atomárního zdroje byla tvořena tenkou trubičkou (kapilárou), která byla vetknuta k přívodu plynu. V případě molekul vodíku H_2 byl k výrobě kapiláry užit wolfram. Rozměry kapiláry byly: vnitřní průměr $\phi_{\text{in}} = 2,57 \text{ mm}$; vnější průměr $\phi_{\text{out}} = 3,23 \text{ mm}$; délka $L = 76 \text{ mm}$. Ohřev kapiláry byl na volném konci uskutečňován dopadem urychlených elektronů. K dosažení pracovní teploty 2500 K byla kapilára na elektrickém potenciálu $U = 950 \text{ V}$ a dopadal na její konec emisní proud elektronů $I_{\text{emisní}} = 0,7 \text{ A}$, což odpovídá výkonu 665 W . Při teplotě 1500 K a tlaku $p = 13,33 \text{ Pa}$ se vyskytl první měřitelný signál atomárního vodíku a při teplotě 2400 K bylo dosaženo maximálního stupně disociace $X = 0,87$.

Pro experimenty s disociací kyslíku byla použita iridiová kapilára. Ta byla vyrobena srolováním tenké iridiové folie. Takto vzniklá kapilára měla následující rozměry: vnitřní průměr $\phi_{\text{in}} = 3,23 \text{ mm}$; vnější průměr $\phi_{\text{out}} = 4,24 \text{ mm}$. Žhavení kapiláry mohlo probíhat maximálně do teploty 2100 K , pak docházelo k silné degradaci kapiláry. Dle van Zyla samotného se nad touto kritickou teplotou v komoře objevily částice s vysokou hmotností, pravděpodobně se jednalo o oxidy iridia. Pro zmíněnou teplotu bylo při tlaku $p = 6,66 \text{ Pa}$ dosaženo maximálního stupně disociace $X = 0,6 - 0,7$. Tyto výsledky zveřejněné van Zylem byly nejlepší dosažené výsledky, které autor této práce našel v oblasti disociace molekul kyslíku O_2 [42].

Zajímavá a často užívaná konstrukce termálního atomárního zdroje určeného k disociaci molekul vodíku byla publikována v roce 1991. Zde byl disociační prostor tvořen boron nitridovou (BN) trubičkou, kde uvnitř této trubičky bylo spirálovitě navinuto wolframové vlákno (viz schématický obrázek 22). Spirála byla žhavena průchodem proudu na teplotu 1800 K , při této hodnotě byl dosahován stupeň disociace až $X = 0,8$ [29]. Zdroj byl určen k nízkoteplotnímu čištění substrátu.

V současné době komerčně vyráběné termální atomární zdroje jsou převážně určeny k disociaci vodíkových molekul. Jako příklad můžeme zmínit termální atomární zdroj vyráběný firmou „SPECS“. Disociační komůrku tvoří také wolframová kapilára, která je žhavena dopadem urychlených elektronů. Pro teplotu $\sim 1700 \text{ K}$ a při tlaku 10^{-6} Pa je stupeň disociace uváděn $X = 0,95$. Ostatní základní parametry zdroje jsou uvedeny v tabulce 3.



Obrázek 22: Schéma atomárního disociačního zdroje atomů vodíku, kde disociace molekul probíhá průchodem přes žhavenou spirálu. Převzato z [29].

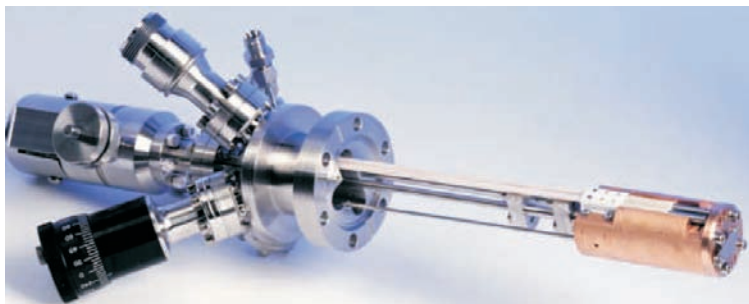
Konstrukční vlastnosti:	
Montáž	DN 40
Délka zdroje ve vakuu	200 mm
Maximální průměr ve vakuu	34 mm
Vlastnosti svazku:	
Divergence atomárního svazku	$\theta_{1/2} \sim 15$
Hustota toku atomů vodíku	5×10^{13} atomů.cm ⁻² ve vzdálenosti 10 cm při tlaku 10^{-7} Pa.

Tabulka 3: Parametry termálního atomárního zdroje produkujícího atomární svazky atomů vodíku vyráběného firmou „SPECS“ [43].

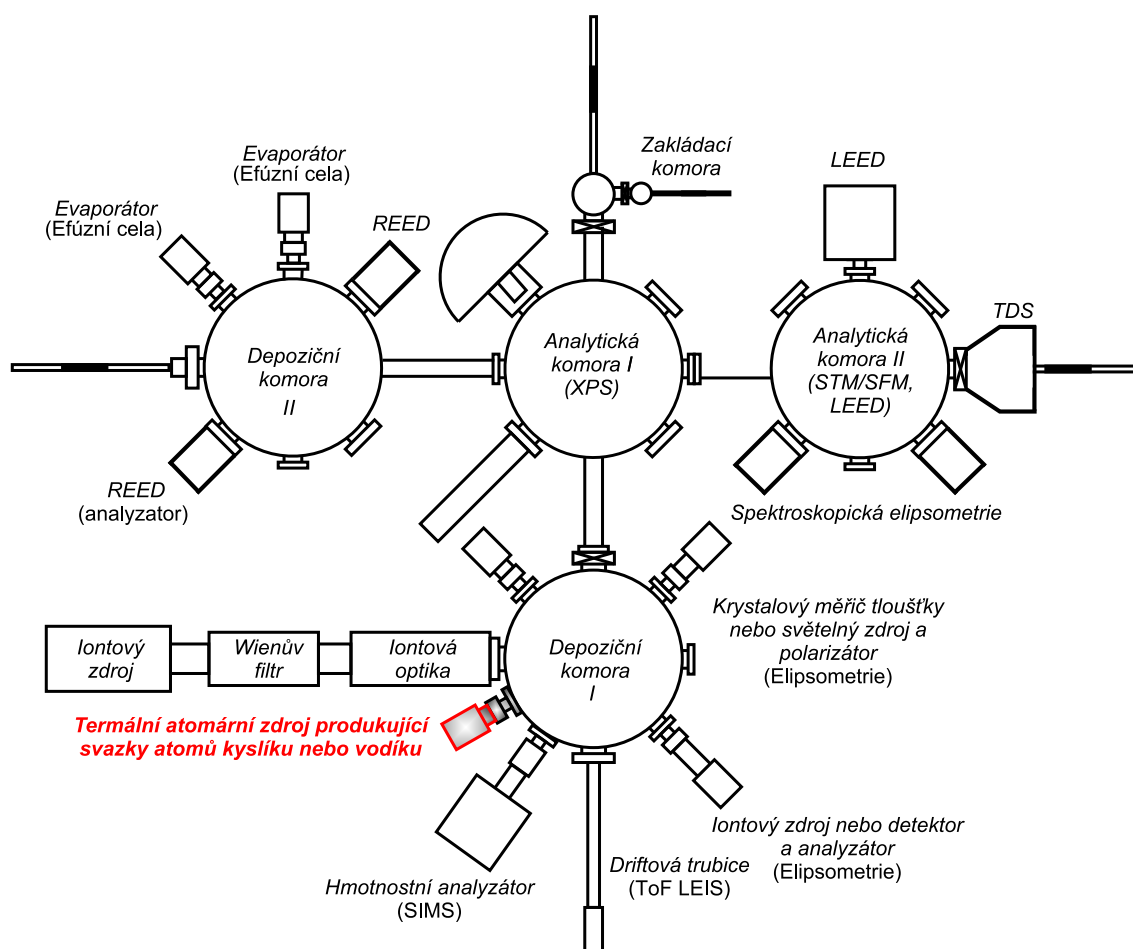
4.4 Požadavky kladené na zdroj termálních svazků atomů kyslíku a vodíku

Pro vědecké účely laboratoře povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI bylo rozhodnuto zkonstruovat termální disociační zdroj vytvářející atomární svazky kyslíku a vodíku o termální ($0,1 - 1$ eV). Cena podobných komerčně vyráběných atomárních zdrojů poskytujících termální svazky atomů se pohybuje přibližně kolem 800 000,- Kč. Vlastní konstrukcí se dosáhne výrazné úspory finančních prostředků. Navržený atomární zdroj by měl umožnit:

- získat intenzivní atomární svazek kyslíku nebo vodíku,
- udržet v depoziční komoře přijatelný tlak při depozici ($\leq 10^{-4}$ Pa),
- získat svazek bez nečistot,



Obrázek 23: Komerčně vyráběný termální disociační zdroj atomu vodíku od firmy „SPECSK“.

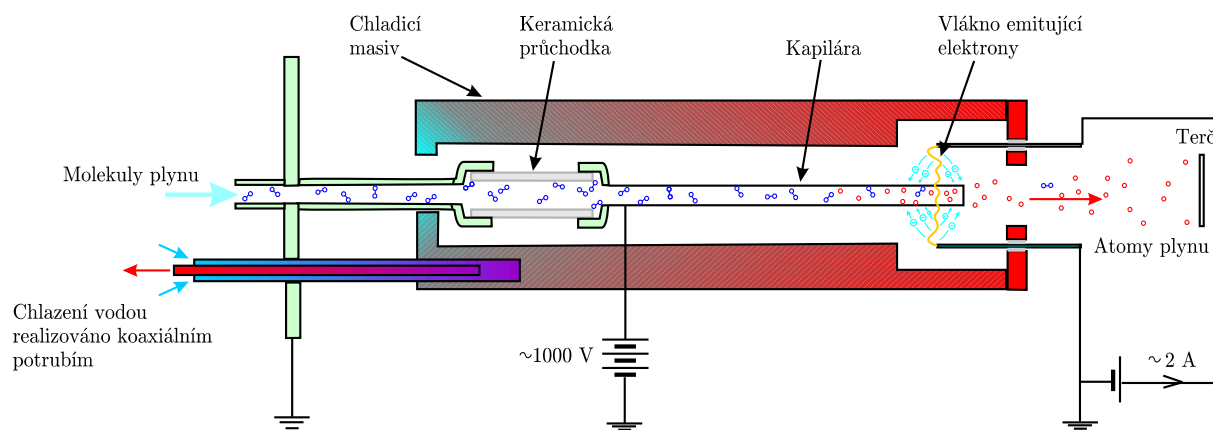


Obrázek 24: Schéma uspořádání systému ultravakuových komor na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně s plánovaným umístěním termálního atomárního zdroje produkujícího svazky atomů kyslíku nebo vodíku.

- získat kolimovaný atomární svazek pokrývající plochu vzorku ($10 \times 10 \text{ mm}^2$) ve vzdálenosti 100 mm od čela zdroje,
- získat svazek atomů s termální energií ($0,1 - 1 \text{ eV}$),
- dosáhnout vysokého stupně disociace.

Termální atomární zdroj musí být navrhnout s ohledem na uspořádání ultravakuové aparatury, která je umístěna na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně, (viz obrázek 24). Aparatura se skládá ze dvou analytických a dvou depozičních komor. V tomto ultravakuovém komplexu je možné provádět analýzu ultratenkých vrstev pomocí metod ToF LEIS, XPS, LEED, SIMS, STM, AFM, TDS, SE (spektroskopická elipsometrie) a RHEED.

V depoziční komoře I je možné vytvářet ultratenké vrstvy metodou depozice termálních atomů s asistencí iontového svazku (IBAD). Zdrojem atomů je efúzní cela (Omicron), zdrojem nízkoenergi-ových iontů je iontové dělo ($30 - 300 \text{ eV}$). Uvedený iontový zdroj byl kompletně navrhnout, instalován a optimalizován v rámci diplomových prací na ústavu. Vrstvy vytvořené pomocí těchto zdrojů mohou být analyzovány in situ výše uvedenými metodami. Tímto způsobem lze získat informace o



Obrázek 25: Schematické uspořádání námi navrhovaného termálního disociačního zdroje.

růstu a vlastnostech studovaných vrstev, nezkreslené vlivem atmosferických nečistot (typické pro ex situ analýzy).

Navrhovaný zdroj svazku atomárního kyslíku a vodíku by měl také sloužit jako nástroj nízko-teplotního čištění substrátu, a tímto způsobem zvyšovat citlivost zmiňovaných analytických metod. Současně by měl sloužit k depozici ultratenkých high- k oxidových vrstev (viz odstavec 4.1). Podmínky růstu a fyzikální vlastnosti těchto vrstev by měly být v následujících letech na Ústavu fyzikálního inženýrství intenzivně studovány.

Rozhodli jsem se vytvořit termální atomární zdroj, jehož uspořádání je schematicky znázorněno na obrázku 25. Na schematu je zobrazena kapilára, která je zahřívána dopadem elektronů emitovaných z vlákna. Vlákno je žhaveno elektrickým proudem, který je přiveden z přední části zdroje pomocí elektrických průchodek. Molekuly plynu jsou přiváděny do kapiláry ze zásobníku (tlaková láhev) přes elektricky izolovanou keramickou průchodku. Vše je umístěno uvnitř chladicího masivu, který zamezuje uhřevu okolí v UHV komoře.

4.5 Termální disociační komůrka

Jedním ze závažných problémů při konstrukci termálních disociačních atomárních zdrojů je volba vhodného materiálu sloužícího pro výrobu disociační komory. V našem případě je termální disociace uskutečňována ve vnitřním prostoru kapiláry. Na materiál disociační kapiláry jsou kladeny následující požadavky:

- odolnost vůči vysokým teplotám (3000 K),
- možnost užití materiálu v UHV prostředí,
- elektrická vodivost,
- možnost napojení materiálu na nerezovou ocel,
- možnost vyrobit z daného materiálu kapiláru.

U termálních disociačních zdrojů produkujících svazky atomů vodíku, jež jsou v současné době vyráběny různými komerčními firmami [43, 44, 45], se používá pro výrobu disociační kapiláry wolfram [46]. V našem případě se jeví, že wolfram je materiál pro konstrukci disociační kapiláry

Materiál	Teplota tání T_M [K]	Vodivý	Poznámky
wolfram W	3683	Ano	reaguje s kyslíkem, vzniká jedovatý WO_2
tantal Ta	3269	Ano	absorbce vodíku
molybden Mo	2896	Ano	
rhenium Re	3453	Ano	drahý
iridium Ir	2739	Ano	používá se v oxidačním prostředí, velmi drahý
karbid tantalu TaC	4153	Ne	
slitina W-Cu (80% - 20%)	1723	Ano	

Tabulka 4: Teploty tání vysokoteplotních materiálů používaných při výrobě termálních atomárních zdrojů, hodnoty převzaty z [47].

nevhodný, při vysokých teplotách totiž reaguje s kyslíkem za vzniku jedovatých sloučenin oxidu wolframu (WO , WO_2). Z uvedených důvodů jsme byli nuceni hledat jiný vhodnější materiál.

V tabulce 4 jsou uvedeny některé vybrané druhy materiálů, které by přicházely v úvahu při konstrukci vysokoteplotních atomárních zdrojů. Pro výrobu disociační komory se nám jevil jako vhodný materiál iridium. Tento materiál je ale velmi drahý a proto pro úvodní experimenty byl použit tantal, jehož teplota tání je $T_M = 3269$ K. Při této teplotě je možno dosáhnout stupně disociace molekul kyslíku do 75% (viz odstavec 2.3). Uvedená hodnota disociace je platná pro tlak $p = 133,3$ Pa. V našem případě budeme chtít disociaci provozovat při podstatně nižších tlacích ($\approx 1 \cdot 10^{-5}$ Pa), tudíž i teplota nutná k disociaci bude nižší. Jelikož vazební energie molekuly kyslíku je velká, je i teplota nutná pro disociaci těchto molekul vysoká. Kyslík je silně reaktivním prvkem a efektivnost reakce se s teplotou zvyšuje. Je dosti obtížné najít materiál, jenž by nad teplotou $T = 2000$ K neoxidoval. Jednou z možností, jak se vyhnout vysokým teplotám potřebným k disociaci, je použití katalyzátorů. Jedná se o materiály, které svými povrchovými silami přispívají k disociaci molekul. To v konečném důsledku vede ke snížení teploty nutné k disociaci.

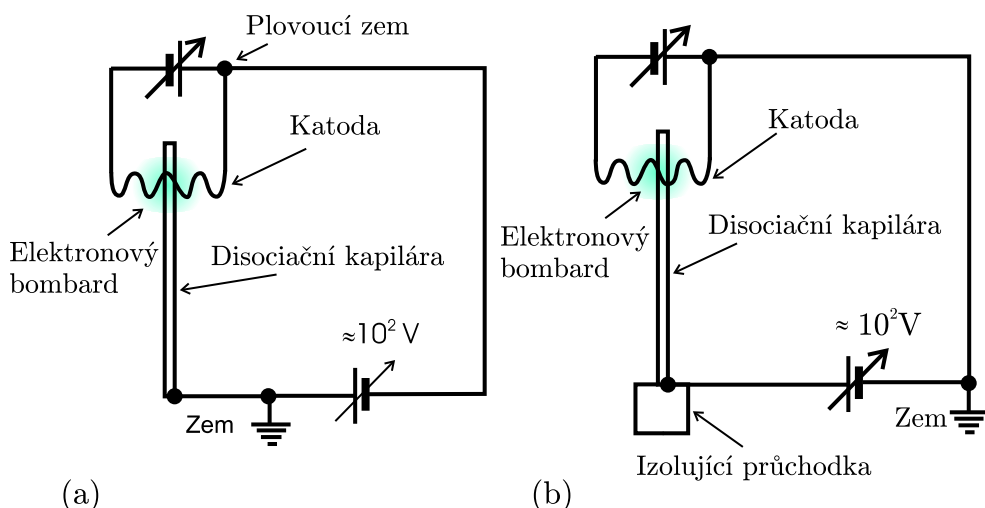
Při testování zdroje a následném používání tantalové kapiláry může dojít k poškození disociační kapiláry. Navíc v budoucnu se může objevit výhodnější materiál. Z těchto důvodů bylo nutno zajistit snadnou a levnou zaměnitelnost používané kapiláry (viz obrázek 27). Bylo proto navrženo víceúčelové zařízení, které může sloužit k tvorbě rozličných svazků složených z atomů či různých radikálů, což závisí na vhodné volbě materiálu kapiláry. Například tantal je materiál snadno absorbující molekuly vodíku, tudíž se nehodí pro tvorbu vodíkových atomárních svazků. Avšak pokud dojde k výměně tantalové kapiláry za wolframovou, může být atomární zdroj využit pro disociaci vodíkových molekul.

4.6 Žhavení disociační komory

K dosažení požadované teploty nutné k disociaci molekul je možno použít dva způsoby ohřevu:

- žhavení průchodem elektrického proudu,
- žhavení pomocí dopadu urychlených elektronů na plášť disociační komory.

Při návrhu atomárního zdroje jsme zvolili metodu ohřevu disociační kapiláry pomocí dopadu elektronů (tzv. elektronový bombard). Tyto elektrony jsou emitovány s příslušnou termální energií ($0,1 - 1$ eV) z wolframového vlákna. Vlákno je žhaveno průchodem elektrického proudu (přibližně 2 A). Emitované elektrony jsou poté urychleny napětím (přibližně 1 kV) směrem k povrchu kapiláry, kde při dopadu způsobují její ohřev.



Obrázek 26: Schéma uvažovaných způsobů zapojení žhavení disociační kapiláry pomocí urychlených elektronů.

Na obrázku 26 jsou zobrazeny dva možné způsoby uspořádání elektrického zapojení obvodu pro žhavení kapiláry. Pro podmínky laboratoře na Ústavu fyzikálního inženýrství lépe vyhovuje zapojení podle varianty (b). Toto elektrické uspořádání nám umožní provozovat žhavení atomárního zdroje bez nutnosti použití napěťového zdroje s plovoucí zemí, což se projeví na celkové pořizovací ceně zařízení. Naproti tomu zde vyvstává problém s izolací disociační kapiláry vůči potenciálu země.

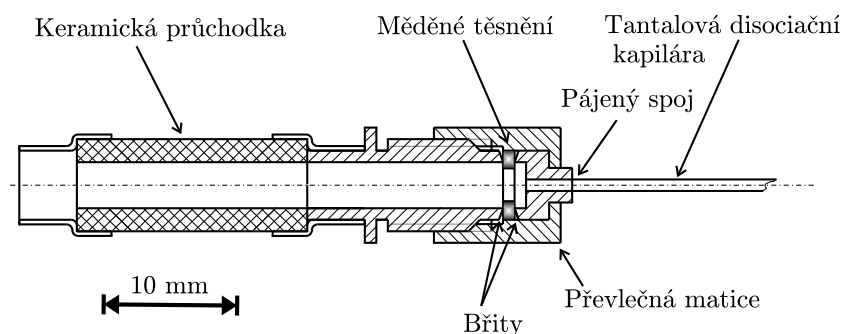
Při kalibraci i při následném provozu atomárního zdroje může dojít k poškození (přetavení) disociační kapiláry. Z těchto důvodů jsme byli nuceni vytvořit konstrukční sestavu napojení kapiláry, na kterou byly kladeny následující požadavky:

- umožní co nejjednodušší a nejlevnější výměnu kapiláry,
- umožní izolovat disociační kapiláru od zemního potenciálu,
- je vakuově těsná,
- je teplotně odolná,
- má minimální rozměry.

Na obrázku 27 je zobrazena sestava uchycení disociační kapiláry. Tato kapilára je připájena niklovou pájkou ($T_M \approx 1100$ K) k trnu s ostrým břit. Tento břit je za pomoci převlečné matice zařezáván do vyžíhaného měděného těsnění. Tímto způsobem je zajištěna vakuová těsnost spoje a relativně snadná montáž (demontáž) disociační kapiláry. Vše je izolováno od zemního potenciálu keramickou průchodkou. Návrh byl komplikován požadavkem minimálního rozměru, jenž vyplynul z celkové sestavy zdroje (viz odstavec 4.9).

4.7 Kolimace atomárních svazků

Tvar a rozbíhavost neutrálních atomárních či molekulárních svazků lze do jisté míry formovat a ovlivňovat výběrem vhodného tvaru výstupní štěrby zdroje (viz kapitola 2). Pro výstup z kruhového otvoru platí vztah (12), jenž určuje hodnotu tzv. polovičního úhlu. To je úhel, ve kterém je hodnota intenzity atomárního svazku rovna jedné polovině maximální intenzity. Volbou úzké a vhodně

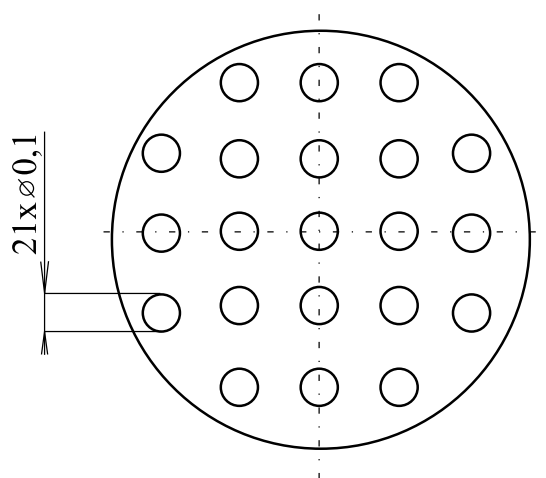


Obrázek 27: Schéma těsnění a uchycení disociační kapiláry. Navržený systém umožňuje jednoduchou výměnu kapiláry.

dlouhé výstupní štěrby dostaneme silně kolimovaný atomární svazek. Bohužel takovouto kolimací omezíme počet vystupujících částic ze zdroje, a tím snížíme rychlost depozice. Toto nežádoucí omezení se v mnoha případech řeší pomocí takzvaných multikolimátorů. Multikolimátorem označujeme výstup z atomárního zdroje, který je složen z více paralelních kolimačních otvorů (viz obrázek (28)). Na zmíněném obrázku je zobrazen multikolimátor, který byl použit při výrobě vysokofrekvenčního disociačního atomárního zdroje produkující svazky dusíku, jehož konstrukce byla náplní diplomové práce [6]. Z důvodu vysokých teplot provozovaných u termálních atomárních zdrojů je ovšem pro dané podmínky výroba takových multikolimátorů velice náročná, ne-li nemožná, proto se u termálních zdrojů multikolimátory nepoužívají.



(a)



(b)

Obrázek 28: (a) Fotografie multikolimátoru vysokofrekvenčního atomárního disociačního zdroje produkující svazky atomů dusíku, vyrobeného na Ústavu fyzikálního inženýrství ve spolupráci s Ústavem přístrojové techniky AVČR v Brně, (b) uspořádání otvorů na multikolimátoru.

Dalším z konstrukčních požadavků byl ten, aby svazek atomů pokryl vzorek $10 \times 10 \text{ mm}^2$ ve

Varianta	ϕ_{out} [mm]	ϕ_{in} [mm]	Tloušťka stěny [mm]	Délka [mm]
I	0,51	0,21	0,15	100
II	1,05	0,65	0,2	100

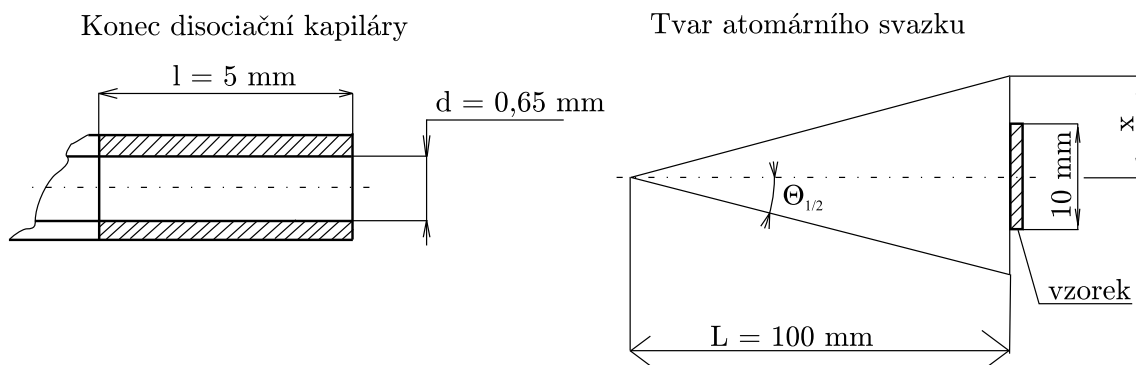
Tabulka 5: Rozměry vyráběných tantalových kapilár.

vzdálenosti 100 mm od čela zdroje. Při výběru velikosti výstupní štěrby jsme byli omezeni rozměry standardně vyráběných tantalových kapilár (viz tabulka 5).

Při konstrukci byla vybrána varianta číslo II. Problém spočíval v orientačním určení místa vzniku kyslíkových atomů; jednotlivé atomy vstupují do svazku po celé délce kapiláry v závislosti na teplotě. Jelikož se jednalo jen o orientační výpočet, bylo toto místo stanoveno cca 5 mm od výstupního konce disociační kapiláry, což odpovídá úhlu $\theta_{1/2} = 6^\circ$ (viz vztah 12). Pak rozměry poloviny podstavy kužele rozpínajícího se atomárního svazku o intenzitě větší než polovina maximální intenzity je

$$x = L \tan(\theta_{1/2}) \doteq 10 \text{ mm}, \quad (25)$$

kde L je vzdálenost od ústí zdroje – viz obrázek 29.

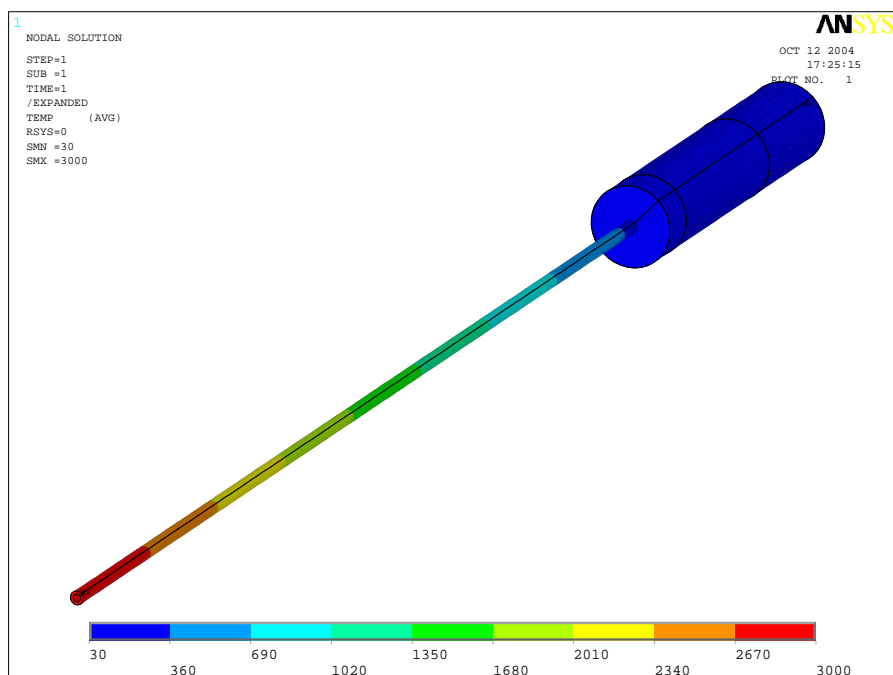


Obrázek 29: Doplnující schéma k výpočtu rozšíření atomárního svazku.

Proč kolimovat atomární svazky? Kolimace neutrálních atomárních svazků se nejčastěji používá z důvodů snížení pracovního tlaku v depoziční komoře. Kolimací můžeme také dosáhnout menšího znečištění depoziční komory, jelikož většina atomů putuje přímo na vzorek, a také dosahujeme nižší spotřeby materiálu. Tento důvod kolimace je především uplatňován u drahých nebo radioaktivních materiálů.

4.8 Teplotní analýza atomárního zdroje

Disociační termální atomární zdroj pracuje při teplotách kapiláry až 3000 K. Při těchto lokálně vysokých teplotách dochází k nadměrnému nežádoucímu ohřevu okolních součástí, což může v konečném důsledku způsobit roztavení pájených spojů či nadměrnou desorbci plynů (plynění). Z těchto důvodů byl zdroj vybaven měděným chladičím masivem. K výrobě chladiče byla použita bezkyslíkatá měď (F.O.Cu). U atomárních a molekulárních zdrojů sloužících ke studiu růstu epitaxních vrstev jsou chladičí štíty nutností. V některých případech musí být teplota kalíšku nastavena s přesností na jeden stupeň Celsia, aby nedocházelo k nestabilitám při depozici atomů (molekul) na vzorek. V laboratorní praxi se používají dokonce tepelné štíty chlazené tekutým dusíkem.



Obrázek 30: Simulace průběhu teploty na žhavené disociační kapiláře pomocí programu Ansys 6.

Měření pracovní teploty zdroje je zajišťováno nepřímým měřením dotykem termočlánku ve vzdálenosti 55 mm od žhaveného konce tantalové kapiláry. Na tomto místě se předpokládá teplota 1600 K. To je téměř nejvyšší teplota, kterou je možno měřit v oxidačním prostředí termočlánkem [48]. Z důvodu určení místa dotyku termočlánku a zajištění pevnosti pájených spojů bylo nutné provést teplotní analýzu kapiláry. Orientační rozložení teploty podél osy symetrie bylo počítáno pomocí programu Ansys 6, (viz obrázek 30). Získané výsledky také byly brány v úvahu při konstrukci chladicího masivu.

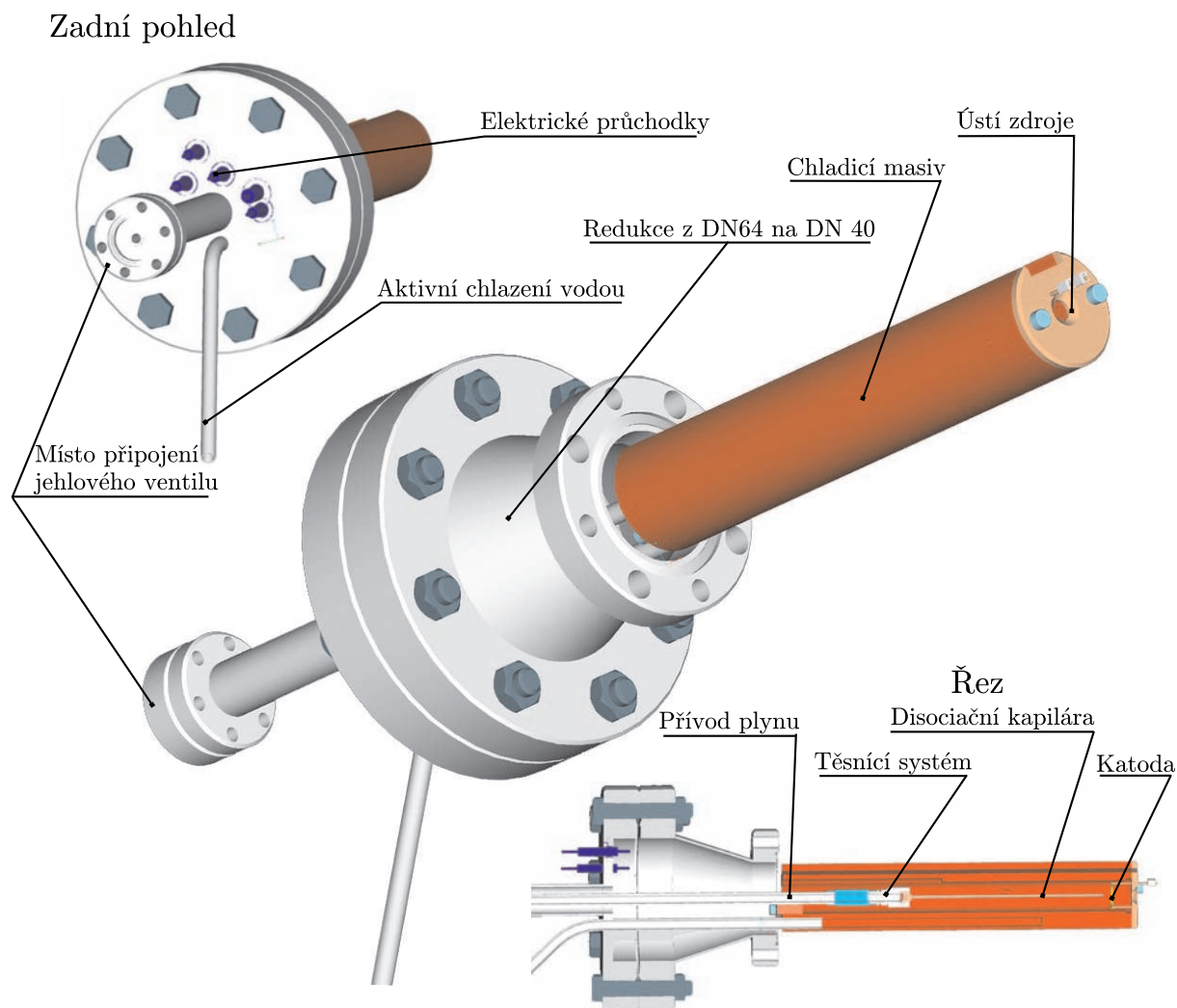
V tabulce 4.8 jsou uvedeny vybrané typy vysokoteplotních termočlánků.

4.9 Konstrukční návrh zdroje termálních svazků atomů kyslíku

Po výše uvedené analýze jednotlivých částí atomárního zdroje byl vyhotoven návrh a vytvořen 3D model termálního atomárního zdroje (viz obrázek 31). Návrh bylo nutné přizpůsobit účelům labo-

Označení	Materiál větvi	Teplotní rozsah [°C]	Přesnost [°C]
Typ C	W-5% Re - W-26% Re	0 až 2320	1
Typ B	Pt-30% Rh – Pt-6% Rh	0 až 1700	1
Typ S	Pt-10% Rh – Pt	0 až 1450	1
Typ R	Pt-13% Rh – Pt	0 až 1450	1

Tabulka 6: Typy termočlánků používaných v oxidačním prostředí při vysokých teplotách. Převzato z [48].

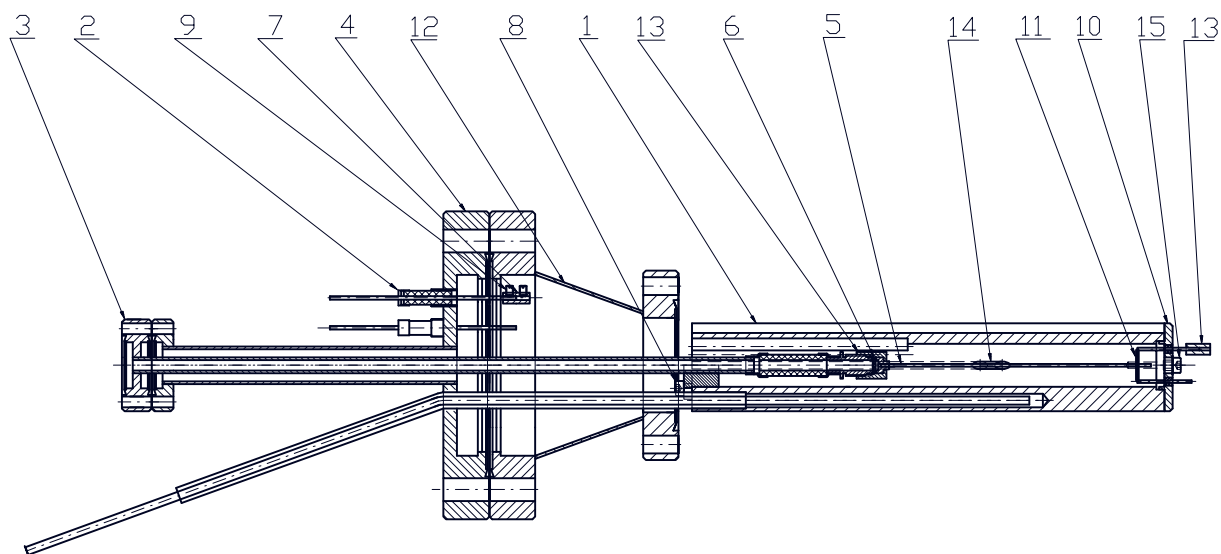


Obrázek 31: 3D model termálního disociačního zdroje produkující svazky atomů kyslíku.

ratoře na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT. Na základě tohoto 3D modelu byly vypracovány výrobní výkresy sestavení (viz obrázek 32) a jednotlivých součástí.

Molekuly kyslíku jsou přiváděny potrubím o vnějším průměru $\phi_{\text{out}} = 6$ mm do disociační komory přes UHV napouštěcí jehlový ventil. Ten bude umístěn na přírubu DN 16 (viz obrázek 31). Disociační komora je tvořena dutinou v tantalové kapiláře (viz kapitola 4.5). Čelo atomárního zdroje je uzavřeno měděným víčkem s výstupním otvorem. Ve víčku jsou napájeny proudové elektrické průchodky, kterými se přivádí proud $I \approx 2$ A pro žhavení wolframového vlákna. Toto pájení a hledání vhodných izolujících materiálů bylo uskutečněno ve spolupráci s ÚPT AVČR v Brně (viz obrázek 33).

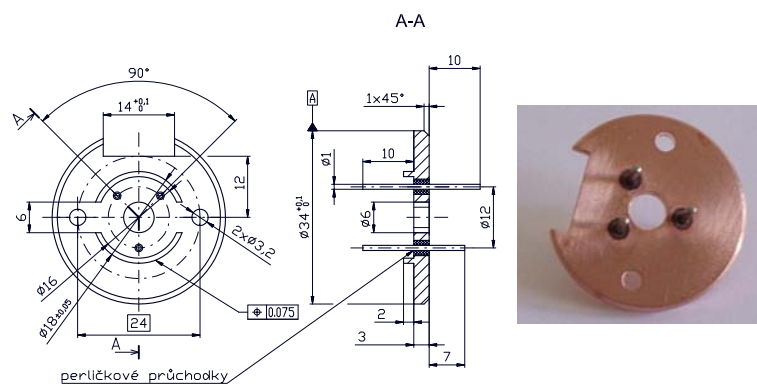
Wolframové vlákno bylo pomocí bodového svařování připevněno k těmto proudovým průchodkám. Žhavené vlákno emituje elektrony o termální energii, ty jsou urychlovány elektrickým napětím $U \approx 1$ kV, jež je přivedeno na tantalovou kapiláru. Dopadající elektrony způsobují žhavení konce kapiláry na teplotu nutnou pro disociaci kyslíkových molekul $T \approx 3000$ K. Při této teplotě dochází k procesu disociace molekul, které poté putují efuzním tokem (viz kapitola 2) směrem na substrát. Při dosažení výše uvedených teplot dochází k ohřevu okolních součástí a nadměrnému tepelnému



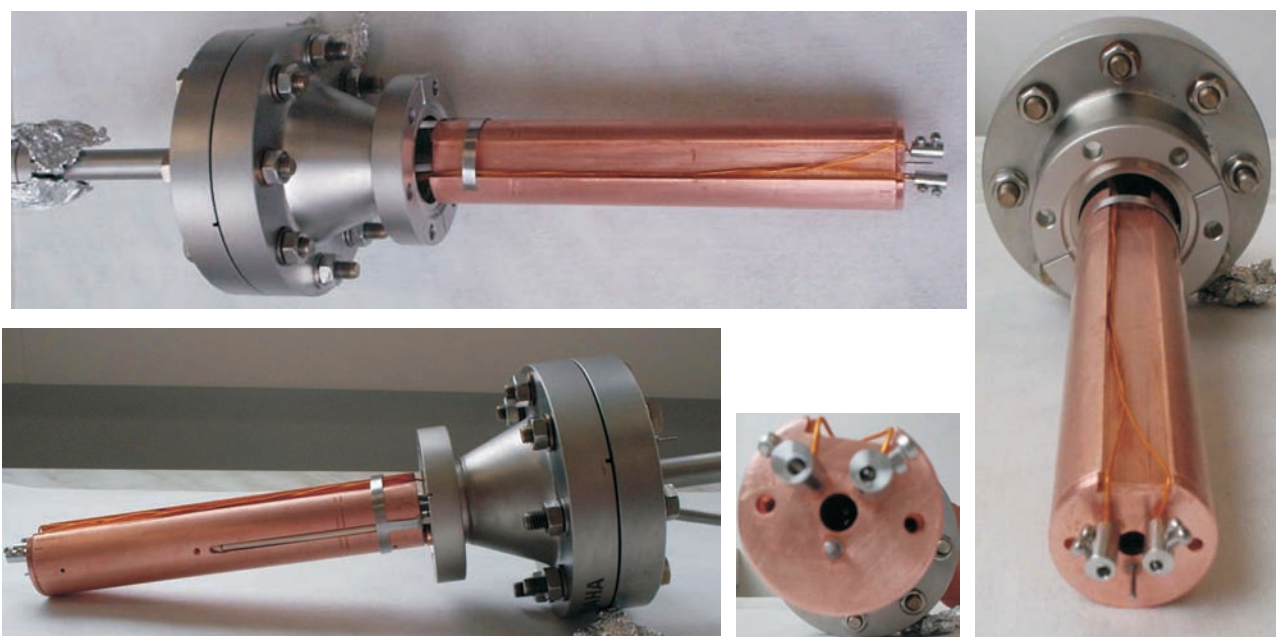
Obrázek 32: Výkres sestavení: 1 - chladičí měděný masiv, 2 - elektrické průchodky, 3 - příruba DN 16 pro přívod plynu, 4 - zadní příruba DN 64, 5 - tantalová kapilára, 6 - trn pro kapiláru, 7 - spojka průchodky vodiče, 8 - koaxiální chlazení, 9 - šroub, 10 - víčko, 11 - vlákno katody, 12 - redukce z DN 64 na DN 40, 13 - převlečná matice s otvorem, 14 - keramika pro termočlánek, 15 - šroubek M3.

záření. Z těchto důvodů je žhavená kapilára uložena uvnitř chladičího dutého válce. K výrobě chladičího válce byla použita měď o vysoké čistotě 99,995% (tzv. *Free - Oxygen Copper*). Tato měď má velmi dobré tepelně vodivostní vlastnosti a také zde dochází k minimální desorpci plynů, proto je hojně používána pro konstrukce v UHV prostředí. Měděný masiv je aktivně ochlazován proudící vodou, která je přiváděna i odváděna koaxiálním potrubím. K montáži koaxiálního potrubí byly použity součástky firmy Swagelok. Jeden z rozměrových požadavků na konstrukci byl, aby se zdroj mohl používat v přírubě DN 40. Tato rozměrová podmínka byla splněna použitím redukce DN 64 na DN 40.

V přírubě DN 64 bylo elektronovým svazkem přivařeno pět elektrických průchodek: jedna pro přívod napětí na kapiláru, dvě proudové pro žhavení wolframového vlákna a poslední dvě pro připojení termočlánu (viz zadní pohled na obrázku 31). Redukce a zadní příruba byly vyrobeny firmou Vakuum Praha. Na obrázku 34 je fotografie zhotoveného termálního zdroje svazků atomů kyslíku nebo vodíku.



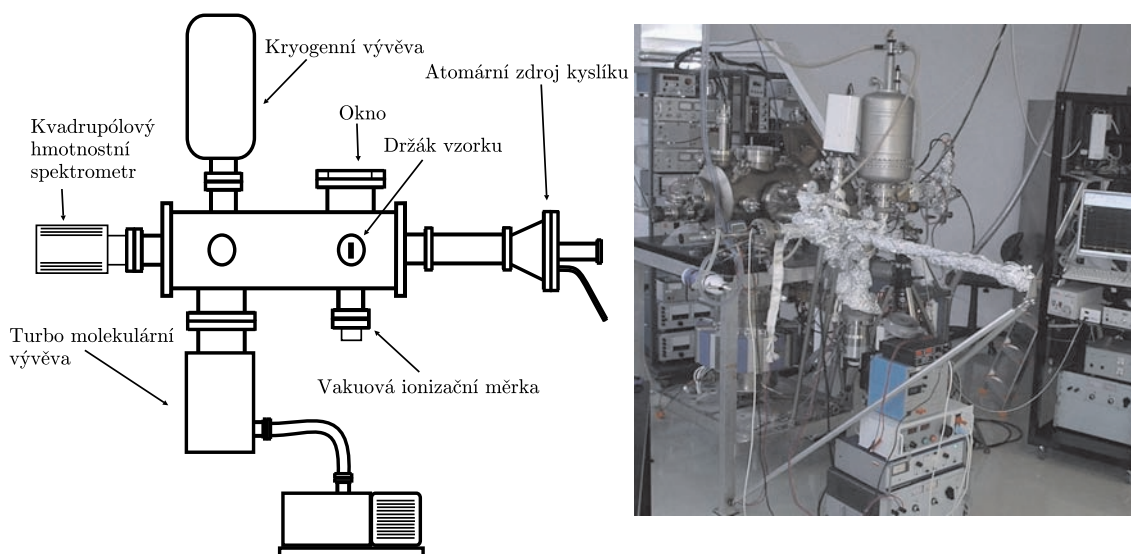
Obrázek 33: Měděné víčko zdroje s napájenými proudovými průchodkami.



Obrázek 34: Fotografie zhotoveného termálního disociačního atomárního zdroje.

4.10 Testování a kalibrace zdroje termálních svazků atomů kyslíku

Testování termálního atomárního zdroje bylo prováděno v části UHV aparatury, která je na ústavu fyzikálního inženýrství určena k analýze povrchu pomocí metody LEIS (*Low Energy Ion Scattering*). K testovacím účelům bylo nutné upravit základací část této aparatury. Úpravy spočívaly v montáži okénka, jež umožnilo měření teploty žhavené kapiláry pomocí optického pyrometru a snímání optického spektra v místě formování atomárního svazku. Dále byl vyroben a do testovací aparatury instalován jednoduchý držák vzorku. Schéma testovací aparatury je zobrazeno na obrázku 35. Komora byla vybavena ionizační měrkou. Touto vakuovou měrkou lze měřit tlak v rozmezí řádů $p = 10^{-3} - 10^{-8}$ Pa. Testovací část aparatury byla čerpána turbomolekulární vývěvou od firmy Leybold-Heraeus typ 150 CSV a současně kryovývěvou. Kryovývěva byla vyvinuta na Ústavu přístrojové techniky v Brně a podrobena základním testům (měření čerpací rychlosti, měření odparu pracovních kapalin,...). Čerpací rychlost této kryogenní vývěvy dosahovala $150 \text{ l}\cdot\text{s}^{-1}$.

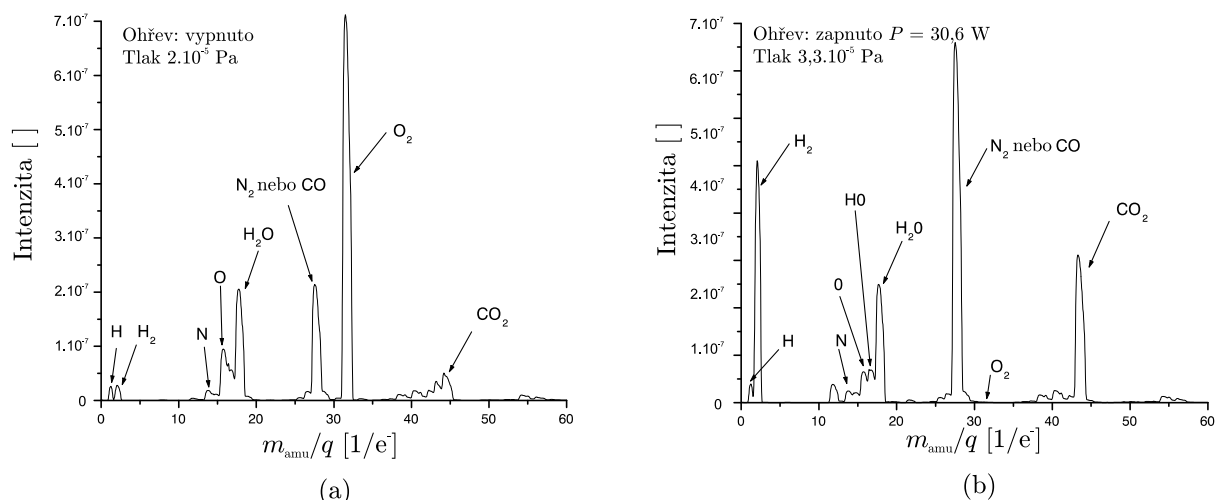


Obrázek 35: Schéma testovací aparatury, ve které byly prováděny první testy termálního atomárního zdroje včetně disociace molekul kyslíku.

Molekuly kyslíku byly přiváděny ze tlakové láhve do zdroje nejprve přes UHV jehlový ventil, těsněný pomocí gumového KF těsnění. Toto byl jeden z důvodů, proč byl mezní tlak v komoře pouze $p = 3 \cdot 10^{-6}$ Pa. Pozdějším měřením byla ještě zjištěna netěsnost ve svárovém spoji aparatury. Molekuly kyslíku byly detekovány pomocí kvadrupólového hmotnostního spektrometru, od firmy Pfeiffer, typ Prisma. Získané typické hmotnostní spektrum při napouštění molekul kyslíku do aparatury přes tantalovou kapiláru, kdy tlak v aparatuře byl $p_{\text{oxy}} = 2 \cdot 10^{-5}$ Pa, je zobrazeno na obrázku 36(a). Ve spektru je patrný výrazný pík na hodnotě 32, který vypovídá o přítomnosti kyslíku v molekulární formě. Výskyt molekul vody (18) se nepodařilo odstranit ani po opakovaném ohřevu UHV komory.

Výkon potřebný k ohřevu kapiláry byl postupně navyšován až na hodnotu $P_{\text{max}} = 40$ W. Pro tento výkon bylo na kapiláru přivedeno napětí $U = 1700$ V a emisní proud byl $I_{\text{emisní}} = 22$ mA odpovídající maximální proud vláknem byl $I_v = 2,6$ A. Je nutno poznamenat, že při dosažení těchto krajních provozních hodnot po dobu více než 30 minut nedošlo k pozorovatelnému poškození atomárního zdroje (přetavení kapiláry, poškození pájených spojů, probíjení vysokého napětí, ...).

V okamžiku, kdy emisní proud dopadajících elektronů byl větší než $\approx 0,3$ mA, docházelo k



Obrázek 36: (a) Hmotnostní spektrum získané při napouštění molekul kyslíku do testovací aparatury. (b) Hmotnostní spektrum získané při ohřevu kapiláry výkonem $P = 30,6$ W za stálého napouštění O_2 .

prudkému poklesu intenzity píku molekulárního kyslíku na neměřitelnou hodnotu. Typické hmotnostní spektrum s horkou kapilárou je zobrazeno na obrázku 36 (b). Mizení píku odpovídajícímu hmotností molekulárnímu kyslíku (32) bylo doprovázeno nárůstem intenzity píku na hmotnosti (28). Ta může odpovídat molekulám dusíku N_2 nebo molekule CO. Na alternativu přítomnosti CO poukazuje nárůst intenzity píku CO_2 . Výskyt CO a CO_2 byl pravděpodobně způsoben desorbci z povrchu žhavené kapiláry. Výrazné zesílení signálu odpovídající atomárnímu kyslíku na pozici (16) nebylo pozorováno.

Kromě detekce atomárních svazků pomocí kvadrupólového hmotnostního spektra byla také uplatněna kondenzační detekční metoda (viz odstavec 3.1.1). K detekci byl použit vzorek tenké vrstvy stříbra napařeného na Si o rozměrech 10×10 mm², tloušťka vrstvy byla 22 μ m. Po třiceti minutové depozici při výkonu 40 W však nebyla na vzorku vizuálně pozorována žádná oxidová stopa.

Dále byl zvolen vzorek Si(111) s odleptanou oxidovou vrstvou v 2% kyselině HF. Tato kyselina odstraní oxid křemíku z povrchu substrátu a současně pasivuje vodíkem povrch Si(111). Takto připravený povrch byl vystaven působení atomárního zdroje a poté pomocí metody XPS zjišťována přítomnost oxidu. Oxid měl vyrůst na povrchu Si po dopadu reaktivních atomů kyslíku. Měřením nebyla pozorována žádná přítomnost oxidu křemíku.

Obdobným způsobem byl také použit substrát Si(111) s přírodní oxidovou vrstvou. Je známo, že tloušťka přírodní oxidové vrstvy u křemíku za normálních podmínek je přibližně rovna 2 nm. Tloušťka a množství oxidů na křemíku byla měřena pomocí XPS. Nicméně tímto měřením také nebyl prokázán žádný nárůst oxidové vrstvy.

Výsledky získané sérií těchto experimentů poukazovaly na absorpci molekul kyslíku v tantalu za zvýšené teploty. „Zmizení“ molekulárního píku ze spektra jsme přisoudili vzniku oxidu tantalu Ta_2O_5 uvnitř kapiláry.

Jednou z možností, jak tento jev potlačit, bylo pokusit se nasýtit (pasivovat) vnitřní povrch tantalové kapiláry kyslíkem. Pro tuto pasivaci kapiláry bylo třeba dosáhnout co největší čistoty kyslíku dodávaného do prostoru kapiláry, aby zbytkové plyny nezhoršovaly celkový tlak v komoře. K tomuto účelu byl pro napouštění použit UHV ventil, který byl k atomárnímu zdroji připojen již



Obrázek 37: Poškozená tantalová kapilára, v místě lomu je patrné silné prooxidování materiálu.

přes měděné těsnění pomocí příruby typu DN 17. Při tomto experimentu vedoucím k pasivování tantalové kapiláry bylo zapnuto žhavení konce kapilary a poté bylo pozvolna připouštěno větší množství kyslíku do zdroje až do doby, než byl v komoře detekován molekulární kyslík.

Při této proceduře byl pozorován efekt zvaný „otrava katody“. Při zvýšené koncentraci kyslíku dochází na katodě ke snížení emise elektronů z vlákna. Tím se snižoval ohřivací výkon kapiláry, což způsobilo vyšší propustnost molekul kyslíku. Tak vznikl lavinový efekt, kdy se prudce snížila teplota kapiláry a zvýšilo napouštění molekul kyslíku do komory. Průběh emisního proudu a současně průběh tlaku kyslíku v komoře na čase se nezdařilo zaznamenat. Po nainstalování digitálních měřicích zařízení, která umožňovala záznam dat přímo do paměti počítače, došlo k rozlomení kapiláry. Poškozená tantalová kapilára je zobrazena na obrázku 37, kde v místě zlomu je patrné silné prooxidování materiálu. Další výzkum v oblasti tvorby atomárních svazků kyslíku byl dočasně zastaven.

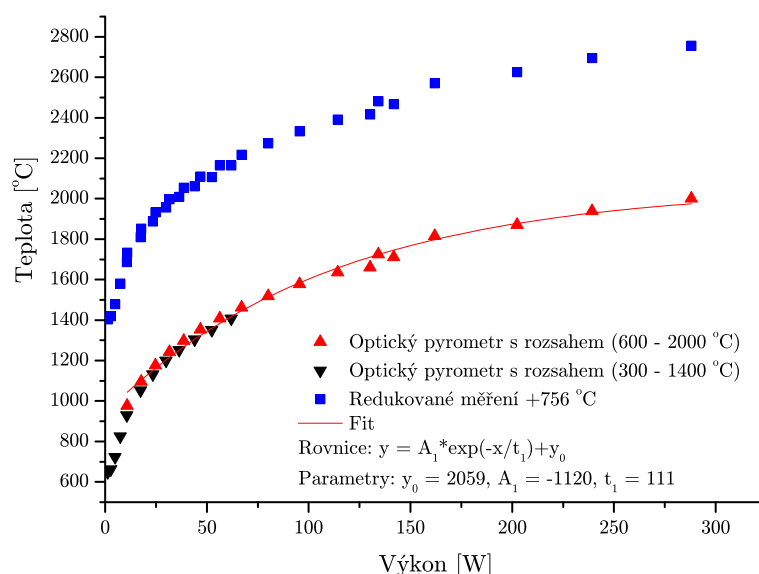
4.11 Testování a kalibrace zdroje termálních svazků atomů vodíku

K tvorbě termálních svazků atomů vodíku byl použit námi zkonstruovaný termální atomární zdroj, kde byla tantalová kapilára nahrazena wolframovou kapilárou. Rozměry wolframové kapiláry byly: vnější průměr $\phi_{\text{out}} = 3$ mm, vnitřní $\phi_{\text{in}} = 2$ mm a délka $l = 100$ mm.

Za účelem testování byla sestavena nová UHV komora, ve které byl dosahován nižší mezní tlak a jejíž konfigurace byla zvláště vhodná pro testování atomárních a iontových zdrojů. Tato komora byla vybavena kvadrupólovým hmotnostním spektrometrem „Prisma“ od firmy Pfeiffer, ionizační měrkou a držákem vzorků. Mezní tlak po nainstalování termálního atomárního zdroje dosahoval $p = 9 \cdot 10^{-8}$ Pa. Celá komora byla čerpána turbomolekulární vývěvou (čerpací rychlost přibližně $150 \text{ l}\cdot\text{s}^{-1}$) od firmy „LEYBOLD“. Po mírných úpravách byla tato aparatura použita i pro testování iontově-atomárního zdroje (viz kapitola 5).

V první řadě byla prováděna kalibrace teploty žhaveného konce kapiláry v závislosti na dodávaném žhavicím výkonu. Teplota byla měřena pomocí dvou různých optických pyrometrů. Jednalo se o pyrometry od firmy Raytek, které umožňovaly měřit teplotu v rozsahu 300 až 1400 °C respektive od 600 do 2000 °C. První pyrometr navíc byl vybaven fokusační optikou, která umožňovala zaostření na konkrétní bod. Měření proběhlo pro nastavenou emisivitu $0,23$. Tato odpovídá emisivitě wolframu při teplotě 1500 °C [49]. Přesnost měření byla částečně také ovlivněna zářením ze žhaveného wolframového vlákna. Přestože vlákno bylo schováno za měděným čelním víčkem, pyrometr s rozsahem měřicí škály ($300 - 1400$ °C) ukazoval teplotu 643 °C, i když byl vypnut ohřev kapiláry.

Druhý pyrometr měřil teplotu maximálně do 2000 °C, což je dle literatury [43] dostatečná teplota k disociaci molekul vodíku H_2 . Graf zachycující výsledky měření teploty je zobrazen na obrázku 38, červené a černé troujúhelníčky odpovídají hodnotě odečtené na displeji pyrometru.

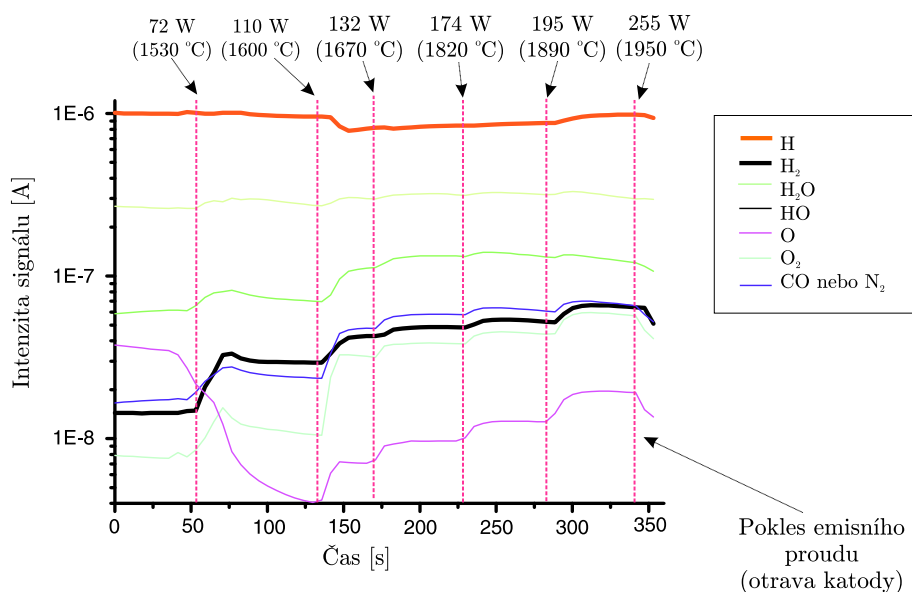


Obrázek 38: Závislost teploty žhaveného konce wolframové kapiláry na výkonu dopadajících elektronů. Měřeno pomocí dvou optických pyrometrů od firmy Raytek.

Následná kontrola vnitřních součástí atomárního zdroje po měření ukázala silné pokovení některých součástí zdroje, jednalo se s největší pravděpodobností o napařený wolfram. Teplota tání wolframu je $T_M = 3410$ °C a teplota danému tlaku nasycených par wolframu ($p = 10^{-5}$ Pa) byla přibližně $T_M = 2100$ °C. Toto byla jedna z prvních indicií, která poukazovala na nesrovnalosti v měření teploty kapiláry. Tato nepřesnost mohla být způsobena velmi malou žhavenou plochou (čelo žhavené kapiláry) snímanou pomocí pyrometru. Následujícími experimenty byla zjištěna v XPS spektrech přítomnost wolframu na vzorcích. Wolfram se objevoval od žhavicího výkonu přibližně 40 W. Rozdíl mezi naměřenou teplotou pyrometrem při tomto výkonu a teplotou nasycených par wolframu byl použit pro korekci teploty. Tento rozdíl $\Delta T = 756$ °C byl přičten k měřeným hodnotám teplot a tak byla získána opravená teplotní závislost kapiláry na žhavicím výkonu (modré čtverečky). V dalším textu bude místo teploty kapiláry používán výkon žhavení, jen ve výjimečných případech pro názornější představu je používána opravená teplota kapiláry.

Kvadrupolovým hmotnostním spektrometrem, který byl umístěn přímo proti výstupnímu otvoru termálního atomárního zdroje ve vzdálenosti přibližně 100 mm, bylo provedeno několik měření za účelem detekce atomárního vodíku. Nicméně výraznější nárůst atomárního vodíku nebyl hmotnostním spektrometrem zaznamenán. Intenzita signálů jednotlivých prvků snímaná v závislosti na výkonu je zobrazena na obrázku 39. V tomto případě byl počáteční tlak v komoře $p = 1,3 \cdot 10^{-6}$ Pa a při napouštění vodíku vzrostl na hodnotu $p_{H_2} = 4,1 \cdot 10^{-5}$ Pa. Wolframové vlákno bylo žhveno průchodem proudu $I_v = 2,9$ A. Postupně bylo skokově zvyšováno napětí přiváděné na kapiláru a tím zvyšován žhavicí výkon. Výsledky měření však nebyly nikterak přesvědčivé. Z obrázku 39 lze vypořadovat, že dochází k nárůstu atomárního vodíku při prvním nastavení výkonu 72 W. Současně byl zaznamenán mírný pokles intenzity molekulárního vodíku, tato změna je především patrná při výkonu 110 W. Nicméně signál H zůstává v pozadí ostatních sledovaných hmotností (O_2 , O, H_2O , HO, CO, N_2).

Důvodem těchto nepříliš povzbudivých výsledků mohla být vysoká intenzita nečistot, které mohly zastínit signál atomárního vodíku, případně nepřesné nasměrování atomárního svazku do hmotnostního spektrometru. V experimentech popsanych v literatuře zabývající se měřením stupně



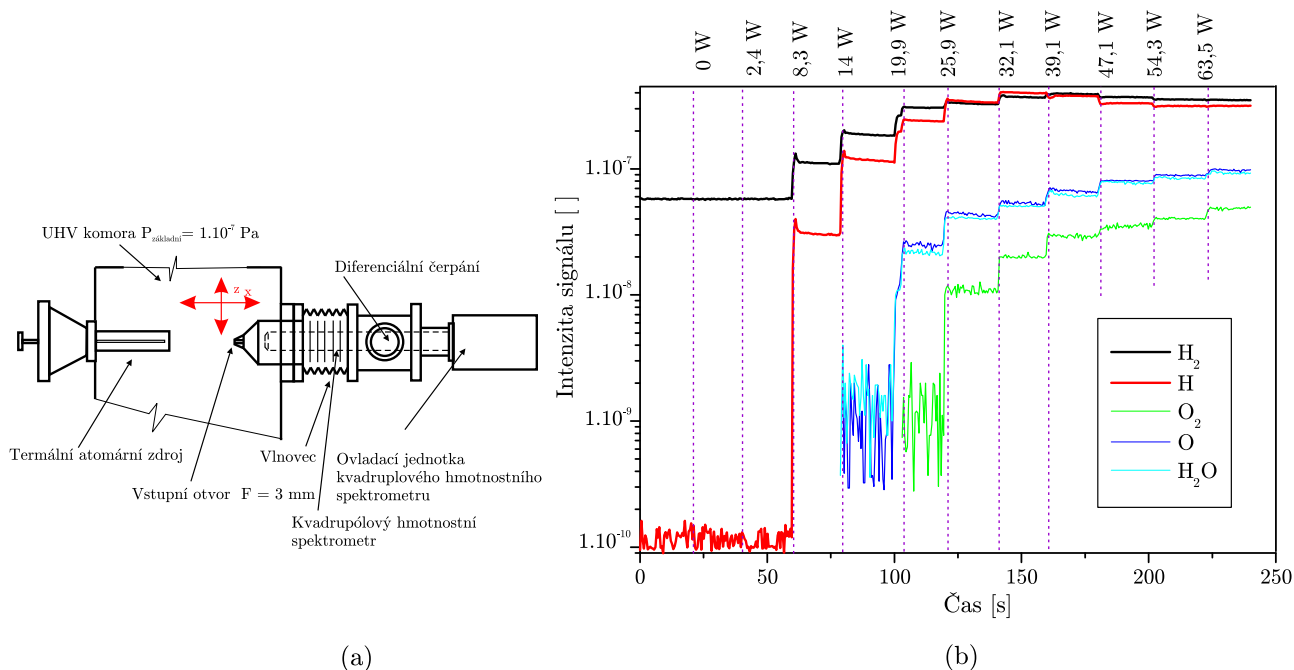
Obrázek 39: Měření stupně disociace pomocí kvadrupólového hmotnostního spektrometru. Vliv žhavení kapiláry na množství sledovaných prvků obsaženy v komoře.

disociace [42] je často prostor kolem hmotnostního spektrometru diferenciálně čerpán. I tato skutečnost mohla být příčinou nepřiliš přesvědčivých výsledků. Při výkonu nad $P = 255$ W docházelo k samovolnému poklesu emisního proudu a tím i k chladnutí kapiláry a poklesu celkového signálu. Pokles emisního proudu připomínal efekt „otravy“ katody popisovaný v odstavci 4.10.

4.12 Měření stupně disociace a profil svazku atomů vodíku

Po počátečních zkouškách provozu zdroje v testovací UHV komoře byl umístěn termální atomární zdroj do komplexní aparatury, která je zobrazena na obrázku 24, do části označené jako „Analytická komora II“. Metoda TDS, umístěná v této komoře, používá kvadrupolový hmotnostní spektrometr, jehož okolí je diferenciálně čerpáno. Zařízení umožňuje pohyb celé soustavy diferenciálního čerpání i s hmotnostním spektrometrem v ose x (směr osy zdroje) a mírné naklápění v ose y a z . Schéma uspořádání je zobrazeno na obrázku 40 (a). Diferenciální čerpání bylo realizováno pomocí dvou iontových vývěv. Tyto vývěvy mají sníženou schopnost čerpat molekuly vodíku (udávaná celková čerpací rychlost je 60 l.s^{-1}).

Při tomto uspořádání byly provedeny experimenty za účelem detekce atomárního vodíku. Po nezbytném odplynění zdroje a dostatečném propláchnutí kapiláry vodíkem byl tlak v komoře nastaven ze základního tlaku $p = 3 \cdot 10^{-7}$ Pa na tlak pracovní $p_{\text{H}_2} = 2,6 \cdot 10^{-5}$ Pa. Vstupní otvor diferenciálně čerpané komory byl nastaven na osu zdroje. Hmotnostní kvadrupólový spektrometr byl nastaven v režimu detekce vybraných hmotností, o kterých jsme předpokládali, že by se mohly vyskytnout ve spektrech (H , H_2 , O , O_2 , H_2O). Intenzita signálu byla zaznamenávána v čase, kdy byl postupně v jednotlivých krocích zvyšován výkon ohřívající kapiláru. Ukázka měření je zobrazena na obrázku 40 (b), hodnoty intenzit jsou vyneseny v logaritmické škále. Černá křivka udává průběh signálu odpovídající molekulárnímu vodíku H_2 a červená atomárnímu vodíku H . Z grafu je patrný strmý nárůst atomárního vodíku, jehož intenzita vzrostla o více než 3,5 řádu. Při výkonu $P = 25$ W intenzita atomárního vodíku byla vyšší než intenzita molekulárního vodíku. Při následném zvyšování výkonu docházelo k mírnému poklesu a ustálení intenzity atomárního vodíku. Tento mírný



Obrázek 40: Detekce atomárního vodíku: (a) Schéma uspořádání měření pomocí kvadrupólového hmotnostního spektrometru, který umožňoval pohyb v ose x a naklání v ose z . (b) Časový vývoj sledovaných hmotností v závislosti na postupném zvyšování výkonu.

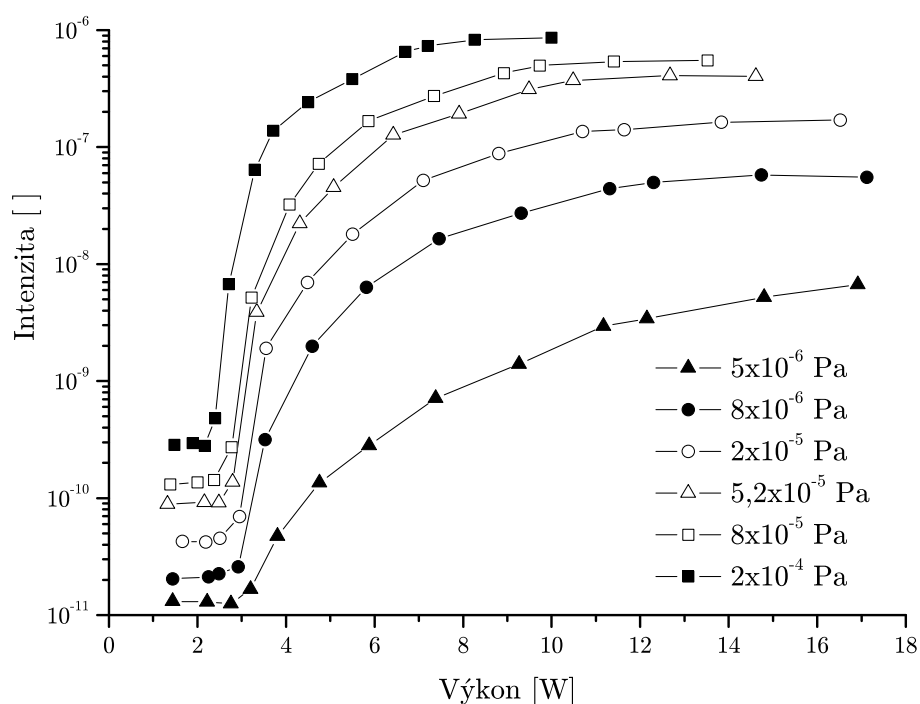
pokles atomárního vodíku byl doprovázeno nárůstem ostatních hmotností (nečistot) zaznamenaných hmotnostním spektrem. Pokles je tedy pravděpodobně způsoben reakcí atomárního vodíku s okolními prvky, které jsou desorbovány v komoře. Obdobným způsobem byla provedena série měření pro různé tlaky vodíku v komoře, viz obrázek 41.

Abychom získali představu o šířce atomárního svazku, byl změřen jeho profil. Zde je nutno poznamenat, že aparatura není přímo určena k měření profilu atomárních svazků. Měření bylo pouze orientační, ale i přesto přineslo cenné informace o vlastnostech atomárního svazku. Při měření bylo ústí atomárního zdroje vzdáleno cca 70 mm od vstupního otvoru do komory s hmotnostním spektrem. Tlak vodíku v hlavní komoře byl nastaven na $p_{\text{H}_2} = 2,6 \cdot 10^{-5}$ Pa. Kapilára byla žhavana výkonem $P = 31,3$ W. Na počátku měření byly nastaveny krajní polohy profilu atomárního svazku posuvem detekční komory ve směru osy z . Tyto krajní pozice byly vyfotografovány z jednoho místa (užitím stativu), viz obrázek 42 (a). Porovnáním těchto dvou rozdílných fotografií a se znalostí rozměrů okolních částí byla určena hodnota posunutí vstupního otvoru. Nepřesnost měření profilu atomárního svazku byla navíc podpořena skutečností, že vstupní otvor se nepohyboval přímo kolmo na osu zdroje, ale spíše se naklání (opisoval kružnici). Posunutí vstupního otvoru bylo v ose x od zdroje $\Delta x = 1,4$ mm, jak je vyznačeno na obrázku 42 (a).

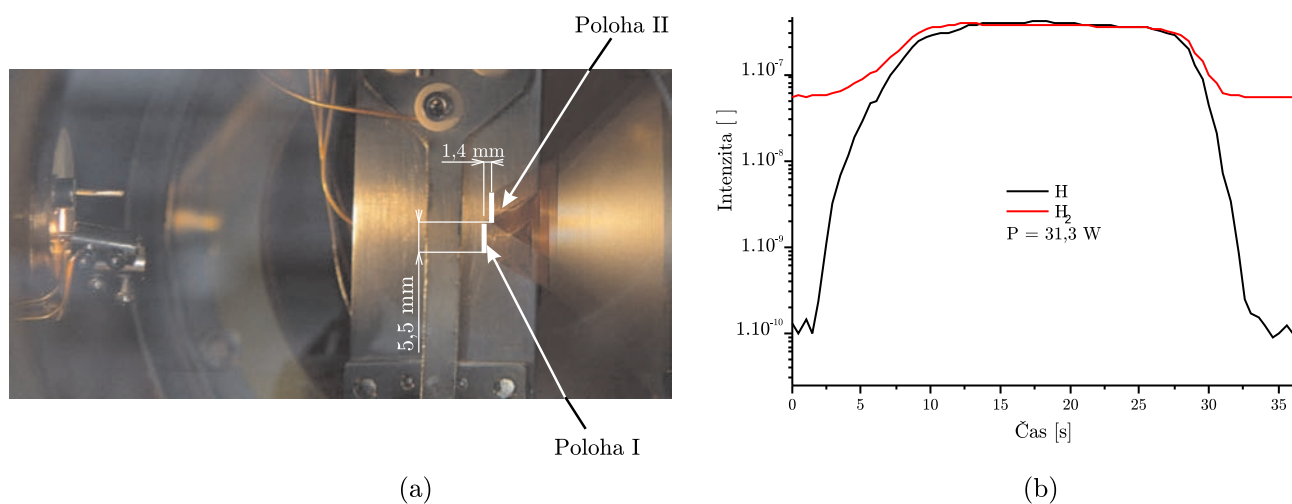
Poté byl vstupní otvor detekční komory rovnoměrnou rychlostí posouván mezi těmito krajními polohami. Zaznamenaný průběh intenzity v čase je zobrazen na obrázku 42 (b). Ze známých rozměrů součástí v komoře byla časová osa tohoto měření přepočítána na délkovou osu, viz obrázek 43.

4.13 Interakce vodíkových atomů s povrchem Si(100)

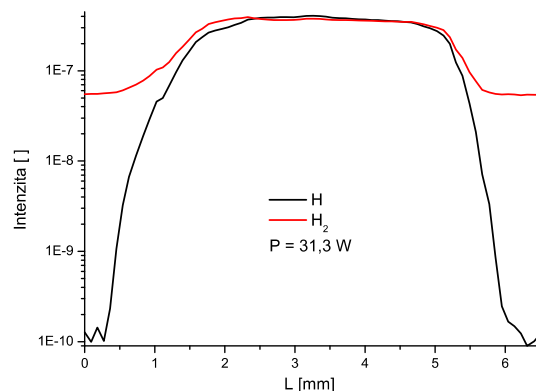
Pro výzkum interakce vodíkových atomů s povrchem křemíku byl termální atomární zdroj instalován do UHV komory, která je připojena k prstenci synchrotronu „Elettra“ v italském Terstu [50].



Obrázek 41: Měření intenzity signálu vodíkových atomů pomocí kvadrupólového spektrometru v závislosti na výkonu ohřevu disociační kapiláry pro vybrané tlaky ovlivněné napouštěním vodíku.



Obrázek 42: Měření profilu atomárního svazku: (a) dvě překrývající se fotografie dvou krajních poloh vstupního otvoru do diferenciálně čerpané komory s hmotnostním spektrometrem, obě polohy jsou vyznačeny bílou usečkou, (b) intenzita signálu H_2 a H měřená při rovnoměrném přejetí z polohy I do polohy II ve vzdálenosti 70 mm od čela zdroje.



Obrázek 43: Profil atomárního svazku vodíku ve vzdálenosti 70 mm od čela zdroje.

		Objem	Up	Down	2. vrstva	3. vrstva	Si-H	Ztráta
Energiový posuv [eV]	pík 1	0	-0.51	0.065	0.2252	-0.2331	0.35	1.2339
	pík 2	0.615	0.615	0.615	0.615	0.615	0.615	0.615
Gaussova funkce FWHM [eV]	pík 1	0.3	1.2	1.2	1.3	1.13	1.8	1.24
	pík 2	1	1	1	1	1	1	1
Lorenzova funkce FWHM [eV]	pík 1	0.1	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2
	pík 2	1	1	1	1	1	1	1

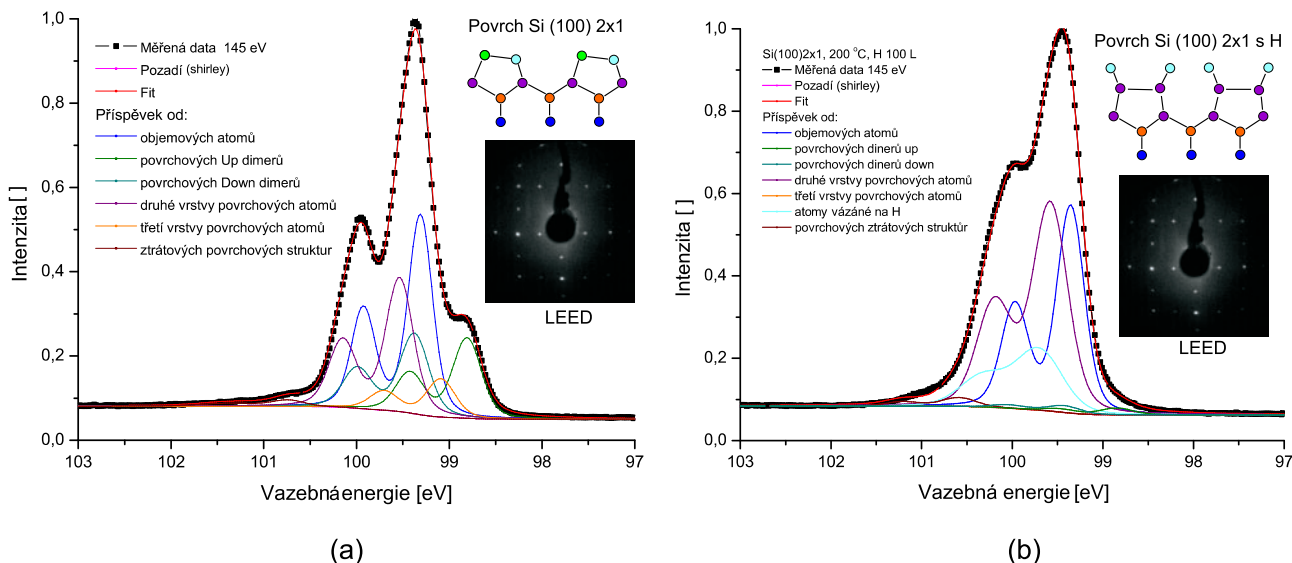
Tabulka 7: Fitovací parametry použité k dekompozici Si(100) 2p píku. Fitování bylo provedeno pomocí programu „UNIFIT 2006“, parametry jsou zadávány v režimu relativních hodnot.

Povrchové změny způsobené interakcí atomárního vodíku s povrchem křemíku byly studovány pomocí metody SR-PES (*Synchrotron Radiation Photoelectron Spectroscopy*).

Substrát křemíku Si(100) byl nejprve několik hodin žhán a následně flešován (odstavec 6.5.1) a poté bylo provedeno měření pomocí metod LEED a SR-PES. Fitování změřeného píku Si 2p pomocí dílčích píků byla provedena pomocí programu „Unifit2006“ [51]. Tato dekompozice sloužila jako nástroj k analýze změn na povrchu. Ukázka změřeného a následně nafitovaného píku Si 2p spolu s obrazem reciproké krystalové mřížky změřené pomocí metody LEED je uvedeno na obrázku 44 (a). Schematické znázornění příčného řezu povrchem křemíku je zobrazeno v pravé horní části zmíněného obrázku. Jednotlivé komponenty fitu jsou označeny příslušnou barvou, která odpovídá pozici atomu umístěného v řezu. Atomy označené zelenou a světle modrou barvou jsou takzvané „up dimery“ respektive „down dimery“. Tyto dimery na povrchu Si(100) vznikají procesem flešování a tvoří rekonstrukci 2×1 . Na povrchu Si(100) jsou dva druhy totožných domén otočených vůči sobě o devadesát stupňů.

Pro fitování jednotlivých komponent byla použita konvoluce Gaussovy a Lorenzovy křivky. Každá komponenta je složena z dvojitého píku (dubletu). Parametry jednotlivých dubletů a posuvy vůči objemovým atomům jsou zobrazeny v tabulce 7. Hodnoty v tabulce jsou uvedeny tak, jak jsou zadávány do fitovacího programu v režimu relativních souřadnic.

Experimenty probíhaly s molekulárním vodíkem (vypnuto žhavení kapiláry) a s atomárním vodíkem (zapnuto žhavení kapiláry). Žhavení bylo realizováno při celkovém výkonu dopadajících elektronů na kapiláru 20 W. Tento výkon dle předchozích měření disociace (viz odstavec 4.12) by měl být dostatečný k disociaci molekul vodíku H_2 . Komora byla přes zdroj napouštěna na tlak $p_{H_2} = 2,4 \cdot 10^{-8}$ Pa. Tento tlak byl dle manuálu korigován citlivostní konstantou pro vodík.



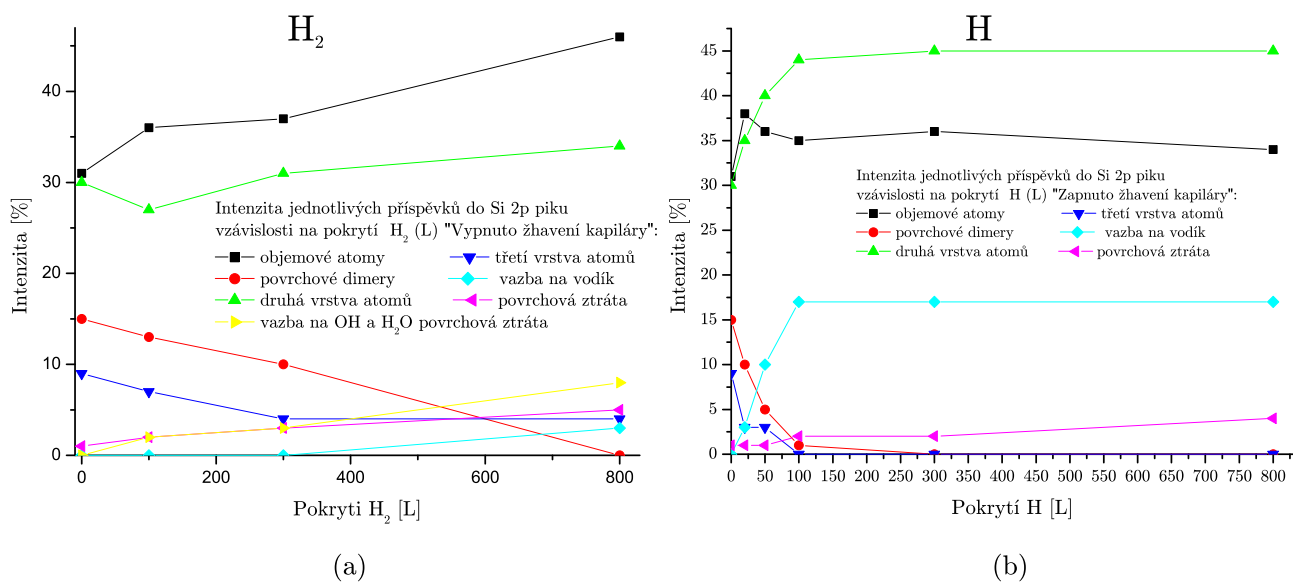
Obrázek 44: Ukázka fitování píku Si 2p povrchu Si(100) 2×1 s komponenty fitu odpovídajícím různým povrchovým stavům atomů (barevně odlišený). (a) Čistý povrch po flešování (viz kapitola 6.5.1), (b) depozice 100 L atomárního vodíku při teplotě 200 °C.

Z korigované hodnoty bylo počítáno pokrytí molekulárním vodíkem v jednotkách Langmuir (L). Teplota substrátu byla rovněž měněna (20, 200, 300, 400 °C). Výsledky těchto depozic na Si(100) byly fitovány a plochy jednotlivých komponent vzájemně porovnány.

Jako příklad fitování byl vybrán 2p křemíkový pík s povrchovou rekonstrukcí 2×1 (viz měření LEED), který byl vystaven atomárnímu vodíku (100 L) a energie dopadajícího záření byla 145 eV. Teplota substrátu při depozici byla 200 °C. Toto měření a fitování je zobrazeno na obrázku 44(b). Je zřejmé, že došlo k výrazné změně tvaru píku narozdíl od čistého křemíku. Změna byla způsobena atomárním vodíkem, kdy docházelo k tvorbě vodíkových vazeb na povrchové „up“ a „down“ dimery. Vlivem uvedené vazby dochází k přeuspořádání povrchových atomů. Schéma příčného řezu křemíkového povrchu pasivovaného vodíkem je součástí popisovaného obrázku.

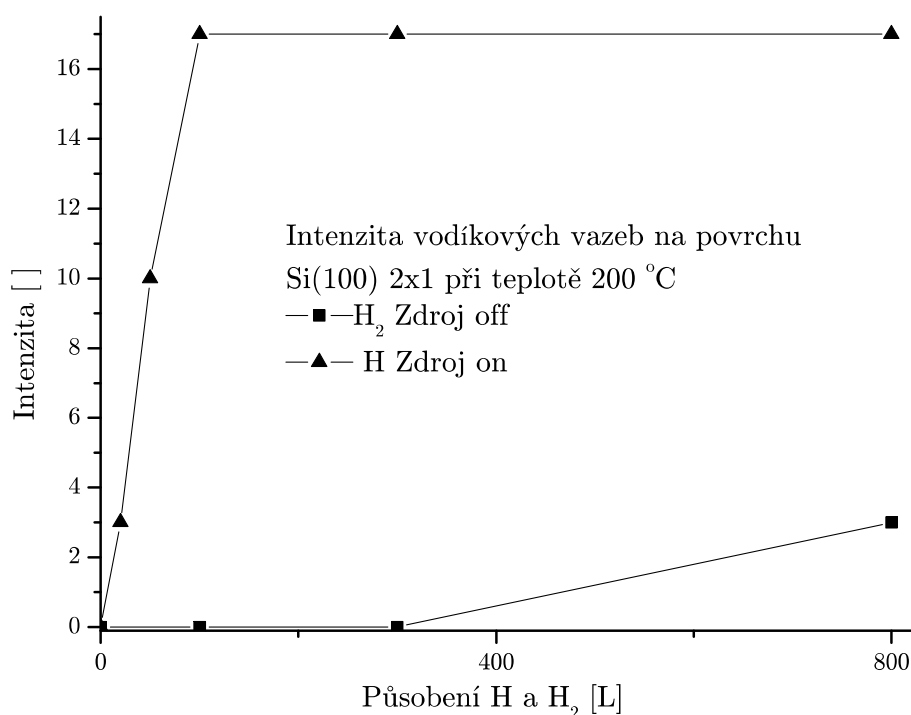
Vývoj jednotlivých komponent píků je uveden na obrázku 45, kde jsou zobrazeny průběhy intenzit (plochy) jednotlivých komponent fitovaných píků v závislosti na působení molekul (a) a atomů (b). Zde je patrný značný rozdíl mezi atomárním a molekulárním vodíkem interagujícím s povrchem Si. Působení molekul způsobuje pozvolný pokles povrchových dimerů, což lze vysvětlit nárůstem nečistot a nárůstem vazby Si-OH. Jedná se patrně o zbytkové molekuly vody obsažené v tlakové láhvi a vedení vodíku. Komponenta odpovídající vazbě Si-H se ve spektrech téměř nenachází. To potvrzuje skutečnost, že povrch křemíku nereaguje s molekulou vodíku H_2 . Situace je značně odlišná v případě působení atomů vodíku na povrch Si. Zde dochází k strmému nárůstu vazby Si-H (světle modré body) a také nárůstu intenzit (plochy) komponenty odpovídající příspěvku z druhé vrstvy atomů. Tento nárůst je vysvětlován v literatuře [52] změnou stavu povrchových dimerů, které poté přispívají k této komponentě. Uvedená změna je také samozřejmě doprovázena stejně rychlým poklesem intenzity povrchových dimerů.

Pro názornou představu o rozdílném působení atomárního a molekulárního vodíku na povrch Si(100) 2×1 je vedeno srovnání intenzit vazeb Si-H pro různá pokrytí, viz obrázek 46. Měření bylo provedeno opět při teplotě substrátu 200 °C. Tyto experimenty potvrdily přítomnost atomárního vodíku ve svazku a tím i funkčnost termálního atomárního zdroje. Dosažené výsledky



Obrázek 45: Vývoj jednotlivých komponent Si(100) 2p píku (měření XPS) v závislosti na působení (a) molekulárního, (b) atomárního vodíku při teplotě 200 °C.

byly publikovány v [53], kde je také studovaná interakce atomárního vodíku s galliem na povrchu Si(100).



Obrázek 46: Vývoj komponenty odpovídající vodíkovým vazbám na křemíku Si(100) z 2p píku v závislosti na intenzitě pokrytí molekulárním nebo atomárním vodíkem, při teplotě 200 °C (měřeno XPS).

5 Iontově – atomární zdroj svazků GaN

Růst tenkých vrstev lze často úspěšně modifikovat pomocí intenzivních nízkoenergiových iontových svazků (1-100 eV). Experimenty s ionty jsou prováděny ve složitých zařízeních skládajících se ze zdrojů iontů a neutrálů. Jinou možností je vytvoření jednoho iontově – atomárního zdroje, který umožní získat současně svazky iontů i neutrálních částic.

5.1 Iontově – atomární svazky GaN – aplikace

GaN vrstvy a příbuzné sloučeniny nitridů III-V skupiny demonstrují svůj vysoký potenciál využití v mikroelektronice, vysokofrekvenční elektronice a optoelektronice (modrá, ultrafialová laserová dioda, atd.). Právě GaN se jeví jako velmi perspektivní materiál pro polovodičový průmysl, především z důvodu širokého přímého zakázaného energiového pásu ($E_g = 3,9$ eV při pokojové teplotě). Velký význam pro optoelektroniku má skutečnost, že se jedná o přímý přechod mezi valenčním a vodivostním pásem. Tato vlastnost umožňuje využití GaN pro konstrukci zdroje koherentního i nekoherentního záření. Polovodiče na bázi nitridů mají díky silným vazbám mezi atomy výbornou chemickou i tepelnou stabilitu a také jsou značně odolné vůči záření.

Dřívějším studiím růstu homogenních ultratenkých vrstev bylo zjištěno, že v mnoha případech může dojít k zefektivnění růstu bombardováním substrátu ionty v průběhu depozice [54, 58]. Ionty dopadající na substrát tvoří povrchové defekty, jež mohou sloužit jako nukleační místa pro následně dopadající nízkoenergiové (0,1 - 1 eV) atomy. Tímto vytvářením nukleačních míst na povrchu dochází k zvyšování množství zárodečných ostrůvků [55]. Vzniká tak mnoho malých ostrůvků, což má za následek hladší morfologii vrstvy oproti vrstvě složené z malého množství velkých ostrůvků.

Také povrchová difuze na vrcholu malého ostrůvku je rychlejší než u velkých ostrůvků. Výška difuzní bariéry na hranici narostlých ostrůvků se totiž může měnit s rozměrem ostrůvků. Podrobněji se touto analýzou nukleace na povrchu substrátu zabývá například skupina okolo G. Rosenfelda [56], kde definují dvě veličiny: střední nukleační volnou dráhu na povrchu substrátu $\underline{\lambda}$ a na povrchu nukleačního ostrůvku $\overline{\lambda}$. Předpokládá se, že na kvalitu deponované vrstvy má také podstatný vliv energie iontů a jejich poměr ve svazku k neutrálním částicím. Při příliš vysoké energii dopadajících iontů ve svazku může docházet k odprašování deponované vrstvy nebo k tvorbě příliš velkého množství defektů na povrchu.

Hustotu ostrůvků na povrchu lze také zvýšit statistickými prostředky, jako například změnou rychlosti depozice (změna pravděpodobnosti vzniku nukleačního jádra), teplotou substrátu (změna povrchové difuze atomů), nebo vytvářením dostatečného množství nukleačních míst. Například při pulzní laserové depozici je okamžitý tok částic na vzorek po laserovém pulsu velmi vysoký (až o 5 – 6 řádů vyšší než v případech běžné MBE), což vede k okamžitému zvýšení počtu dopadajících atomů. Následkem této zvýšené hustoty dopadajících atomů se zkracují difuzní dráhy mezi sousedními atomy, jež dopadly na povrch ve stejném čase. Toto pulzní střídání hustoty toků dopadajících částic na povrch způsobuje značné zvýšení nukleačního poměru a zvýšení hustoty ostrůvků. Alternativní cestou tvorby nukleačních center je vznik defektů pomocí dopadajících iontů během depozice. Dopad iontů na povrch substrátu může být kontinuální a způsobuje významné změny růstových vlastností vrstvy. Ionty mohou přicházet v samotném napařovaném atomárním svazku, nebo z odděleného iontového děla. K ovlivnění růstového módu vrstev se nejčastěji používají ionty vzácných plynů [57]. Zefektivnění růstových vlastností vrstvy lze docílit také krátkým, ale intenzivním svazkem iontů, které dopadají na substrát během depozice. Tento jev byl studován pozorováním intenzit oscilací u koherentních difraktovaných heliových svazků a přímo měřen skenovacím tunelovacím mikroskopem [59]. Tato poměrně nová metoda růstu ultratenkých vrstev se v literatuře označuje jako pulzní iontová depozice. Iontové svazky lze užít také k přípravě sloučenin materiálů, například už zmíněný GaN. Energie substrátu spolu s energií dopadajících iontů může přispět k zvýšení pravděpodobnosti vzniku chemických vazeb, které by se jinak utvářely velmi obtížně (s malou pravděpodobností).

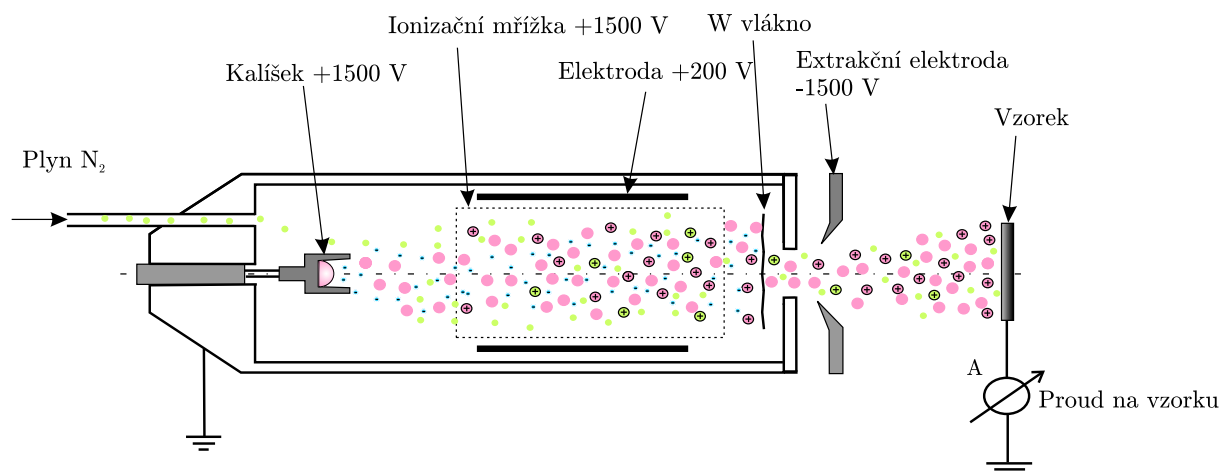
5.2 Požadavky kladené na iontově – atomární zdroj k depozici GaN

Pro vědecké účely laboratoře povrchů a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI bylo rozhodnuto zkonstruovat iontově – atomární zdroj, který by sloužil ke studiu vlivu iontových svazků na růst vrstev (GaN). Úkolem bylo vytvořit kompaktní zařízení, které by zahrnovalo současně efuzní celu (zdroj Ga) a elektronově – srážkový iontový zdroj (ionty dusíku). Požadavky kladené na zdroj byly následující:

- získat intenzivní iontově–atomární svazek Ga/N,
- umožnit měnit vzdálenost kalíšku vůči ionizační mřížce,
- možnost změny poměru iontů k neutrálním částicím ve svazku,
- získat homogenní svazek pokrývající plochu $10 \times 10 \text{ mm}^2$,
- získat iontový svazek s definovanou energií iontů,
- získat ionty o nízké energii $E < 200 \text{ eV}$.

5.3 Popis funkce iontově – atomárního zdroje pro depozici GaN

Základním charakteristickým znakem navrženého zdroje je kovový kalíšek (případně kovová tyč) sloužící jako zásobník atomů (molekul). Kalíšek je ohříván dopadajícími urychlenými elektrony, které jsou extrahovány z wolframového vlákna, typickým napětím mezi kalíškem a vláknem v rozsahu (500 - 2500 V). Wolframové vlákno je žhaveno elektrickým proudem ($I_v = 2$ A), termoemisí jsou emitovány elektrony o termální energii (0,1 - 1 eV). Tyto elektrony jsou urychleny potenciálem mřížky (~ 100 V) a následně vstupují do ionizačního prostoru. Ionizační prostor je ohraničen válcovou stínící mřížkou, jež definuje uvnitř konstantní potenciál. Tudíž všechny elektrony v této části se pohybují rovnoměrně přímočaře s energií (~ 100 eV). Poté, co projdou ionizačním prostorem, jsou urychleny směrem na kalíšek vysokým potenciálem (~ 1500 V). Tyto dopadající elektrony ohřívají kalíšek na teplotu potřebnou pro vypařování daného materiálu (Ga). Vzniklý atomární svazek částic je efuzním tokem transportován ionizačním prostorem směrem na vzorek. V tomto prostoru je určitá část neutrálního atomárního svazku ionizována. Takto vzniklé kladné ionty jsou vysokým záporným potenciálem, jenž se nachází na extrakční elektrodě (~ -1500 V), vytahovány z prostoru iontově – atomárního zdroje. Ty poté dopadají na vzorek s energií rovnou rozdílu potenciálů mezi místem vzniku iontu a vzorkem. Stejným způsobem jako atomy vypařovaného materiálu lze také ionizovat i atomy plynu, který může být napouštěn do pracovní části zdroje. Tímto způsobem získáváme smíšený svazek neutrálních atomů (molekul) a iontů. Schematické uspořádání takového iontově – atomárního zařízení určeného k růstu tenkých vrstev GaN s využitím technologie IBAD MBE je zobrazeno na obrázku 47.



Obrázek 47: Schématické znázornění principu iontově – atomárního zdroje pro depozici GaN, s vyznačením typických hodnot elektrických potenciálů na elektrodách.

Navržené schéma iontově – atomárního zdroje umožní provádět experimenty ve více pracovních módech:

- efuzní cela,
- iontový zdroj,
- iontově – atomární zdroj,
- pulzní depozice IBAD,

- pulzní depozice IBAD s ionty plynů.

5.3.1 Múd efuzní cela

Růst ultratenkých vrstev, případně tvorba nanostruktur, může často vyžadovat podstatné potlačení přítomnosti či úplné odstranění iontů z atomárního svazku. Kladné ionty v atomárním svazku se mohou objevit jako produkt formování atomárního svazku (ohřev dopadem elektronů). Tyto ionty mohou vytvářet nežádoucí defekty na připravovaném povrchu, jako například poškozovat připravované nanostruktury či negativně ovlivňovat definované vlastnosti substrátu. K tomuto dochází především u epitaxního růstu vrstev systémem vrstva po vrstvě, kde přítomnost iontů může způsobovat vady jako jsou dislokace nebo vakance. Také dochází k nabourávání připravovaných superstruktur a k odprašování atomů z povrchu. Poměr iontů k neutrálním částicím by neměl být větší než 10^{-3} [60], aby nedocházelo k výraznému nárůstu povrchových defektů. V případě depozice některých citlivých materiálů (nebo materiálů z vysokým ionizačním účinným průřezem) je nutné odstínit všechny ionty ze svazku. V navrhovaném uspořádání zdroje lze tento požadavek na potlačení přítomnosti iontů ve svazku snadno realizovat přivedením kladného elektrického potenciálu na extrakční elektrodu. Tímto napětím se vytvoří na výstupu ze zdroje potenciálová bariéra, která znemožní výstup kladným iontům ze zdroje, přičemž tato elektrická bariéra neovlivňuje proud neutrálních částic směrem ze zdroje. Uvedeným způsobem jsme schopni získat svazek neutrálních atomů o termální energii s minimálním obsahem iontů. Výhodou přípravy ultratenkých vrstev v módu efuzní cela je možnost vytváření multivrstev s přesností pod jednu monovrstvu.

5.3.2 Múd iontový zdroj

Vnitřní části zdroje jsou navrženy jako elektronově srážkový iontový zdroj. Napuštěním plynů (nejčastěji jsou používány prvky vzácných plynů) do vnitřního prostoru zdroje lze získat poměrně intenzivní svazek kladných iontů. Energie kladných iontů přítomných ve svazku je závislá na elektrickém napětí nacházejícím se mezi ionizační mřížkou a vzorkem. Tímto způsobem lze získat iontový svazek o energiích v řádech 10 až 100 eV. Současně lze využitím plovoucího potenciálu na katodě udržovat stálý potenciál mezi katodou a mřížkou (≈ 100 V) a tím i zabezpečit maximální ionizační průřez. Tvar a intenzita iontového svazku jsou ovlivňovány elektrickým napětím na jednotlivých elektrodách, převážně na extrakční elektrodě, jak je popsáno níže v odstavci 5.6.5.

Iontové svazky o těchto energiích mohou být použity:

- k čištění povrchu,
- k selektivnímu odprašování přes masku (tvorba 3D struktur),
- k modifikaci povrchu,
- jako součást zařízení k analýze povrchu (TOF, SIMS),
- k zobrazování (iontová mikroskopie),
- v kombinaci s efuzní celou pro růst ultratenkých vrstev.

5.3.3 Iontově – atomární mód

Další možností jak ovlivňovat růst či morfologii ultratenkých vrstev je použít při depozici materiálu současně i iontový svazek. Výsledná morfologie ultratenké vrstvy je závislá na energii a poměru

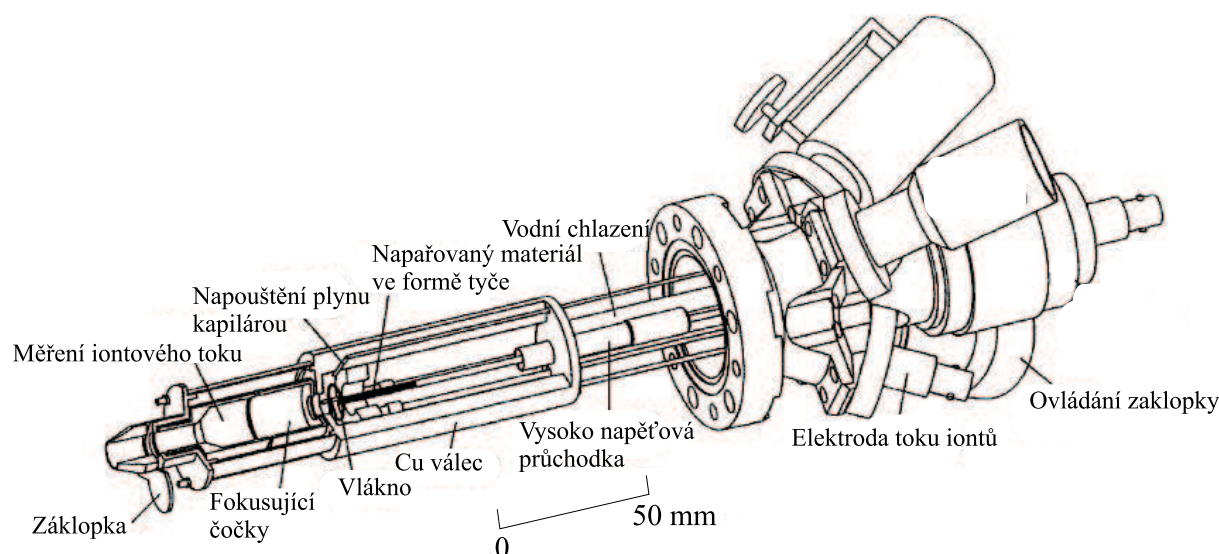
iontů ku neutrálním částicím dopadajících na vzorek. V navrhovaném zdroji je možno získat intenzivní atomární svazek obsahující vhodné množství kladných iontů. Poměr iontů ve svazku lze regulovat připouštěním ionizovaného plynu do ionizačního prostoru nebo fokusací (defokusací) užitím extrakční elektrody. Ve zmíněném módu je možno modifikovat růstový mód užitím nereaktivních iontů vzácných plynů, nebo provádět růst vrstev složených z deponovaných atomů a reaktivních iontů (např. N^+).

5.3.4 Mód pulzní depozice IBAD

S navrhovaným iontově – atomárním zdrojem lze provádět pulzní iontové depozice, kdy na vzorek dopadá neutrální svazek atomů a střídavě jsou do svazku pouštěny ionty. Tato pulzní depozice může být realizována přivedením elektrických napěťových pulzů na extrakční elektrodu. K dosažení zvýšené efektivity pulzní iontové depozice lze k iontům deponovaného materiálu přidat také ionty vzácných plynů, a tím zvýšit poměr iontů v pulzním svazku.

5.4 Iontově – atomární zdroje

V průběhu vývoje iontově – atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství byl v literatuře [60] publikován obdobný iontově – atomární zdroj využívající iontové svazky při růstu tenkých vrstev, (viz obrázek 48).

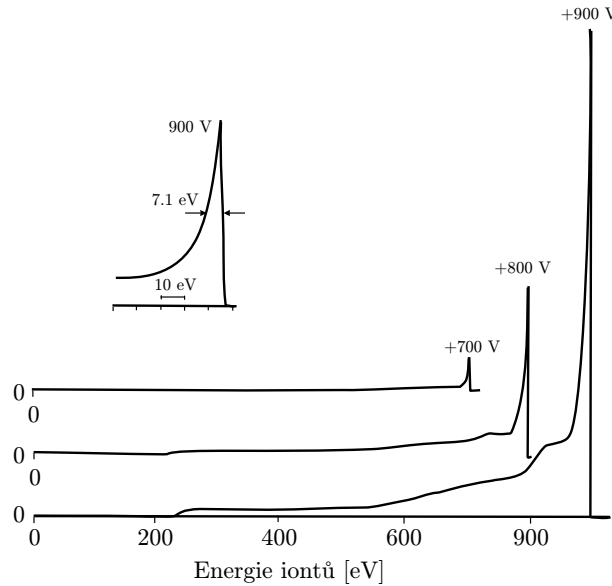


Obrázek 48: Nákres IBAD-MBE zdroje od J. Kirschnera, převzato z [60].

Jedná se o kompaktní zařízení, které svým uspořádáním připomíná efuzní celu. Směs atomů a iontů se formuje v prostoru mezi kalíškem (ohřev realizován dopadem elektronů) a žhaveným vláknem. Neutrální částice vzniklé odpařováním materiálu z kalíšku (tyče) jsou částečně ionizovány pomocí procesu elektronově srážkové ionizace. Současně lze do téhož prostoru připouštět plyn, který je také ionizován. Tento zdroj byl užit pro depozici Co na substrát Cu (111), viz obrázek 48.

Nevýhodou tohoto uspořádání iontově – atomárního zdroje je vysoká energie tvořených iontů (700 eV až do 1000 eV) a současně široké rozpětí energií iontů ve svazku, viz obrázek 49. Další

nevýhodou je nízká ionizační účinnost v téměř celém ionizačním prostoru v důsledku vysoké energie elektronů.



Obrázek 49: Distribuční funkce energii kladných iontů vystupujících ze zdroje firmy „Omicron“ pro tři různé potenciály na Co tyčince při konstantním emisním proudu 8 mA. Převzato z [60].

5.5 Simulace funkce zdroje

Pro funkci zdroje je patrná důležitost vhodné volby tvaru a místa umístění ionizační komory. Podstatný vliv na správnou funkci zdroje má také rozložení potenciálů na elektrodách. Z těchto důvodů bylo nutné provést teoretický rozbor funkce zdroje a uskutečnit základní simulace funkce zdroje.

Zvýšíme-li velikost ionizační oblasti (délku válcové mřížky) získáme na výstupu více iontů díky zvýšení pravděpodobnosti ionizace, což plyne ze vztahu pro výpočet hustoty proudu iontů

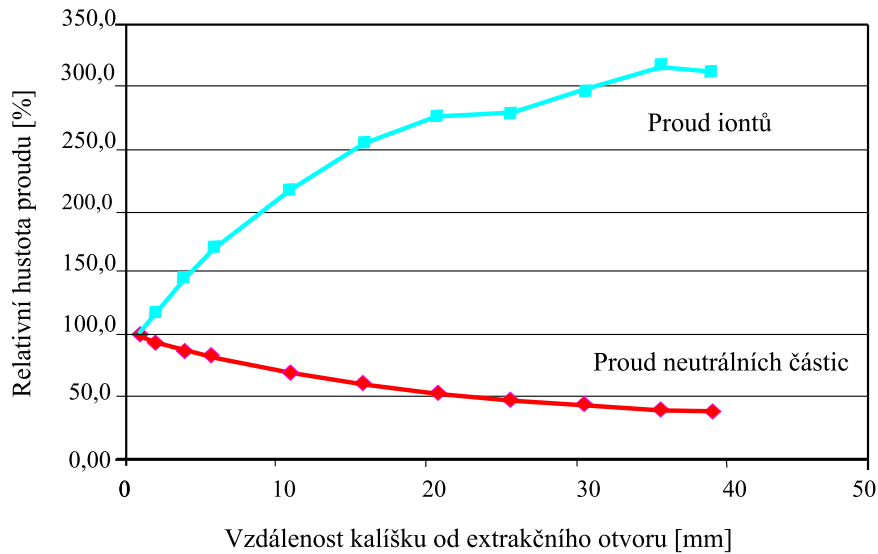
$$j_i = j_e V n_a \sigma, \quad (26)$$

kde j_e je hustota proudu elektronů, V je efektivní objem ionizace, n_a koncentrace atomů uvnitř zdroje a σ je účinný průřez ionizace.

Zvětšením délky ionizační oblasti (tedy V) zvýšíme ionizační pravděpodobnost, ale snížíme tok neutrálních atomů, které projdou celým zdrojem a dopadnou na substrát.

Další možnost, jak zvýšit proud iontů, je zvýšit koncentraci atomu (tedy tlak) v ionizační komoře. Zvedneme-li tlak v ionizační komoře, je třeba zmenšit extrakční otvor tak, abychom udrželi v depoziční komoře přijatelný tlak $\sim 10^{-5}$ Pa a nižší. Změna výstupního otvoru vede k omezení vystupujících neutrálních částic a iontů. Uvnitř zdroje se předpokládá výskyt neutrálních částic Ga, N₂ a iontů Ga⁺, N₂⁺, N⁺. Pro tyto částice byl celý problém řešen pomocí programu Simion 6. Tento program počítá rozložení elektrického pole v okolí elektrod pomocí metody konečných diferencí. Ve spolupráci s Ing. Michalem Gerykem byl vytvořen prvotní optimální model prostorového uspořádání zdroje pro maximální výtěžnost iontů a neutrálních částic. Graf na obrázku 50 znázorňuje relativní hustoty proudů iontů a neutrální jako funkci délky ionizační oblasti. Relativní růst proudu iontů je

s rostoucím rozměrem vnitřní komory zdroje větší než rychlost poklesu proudu neutrálních částic. Při poklesu proudu neutrálních částic na polovinu vzroste proud iontů na vzorku téměř třikrát [61], viz graf 50.



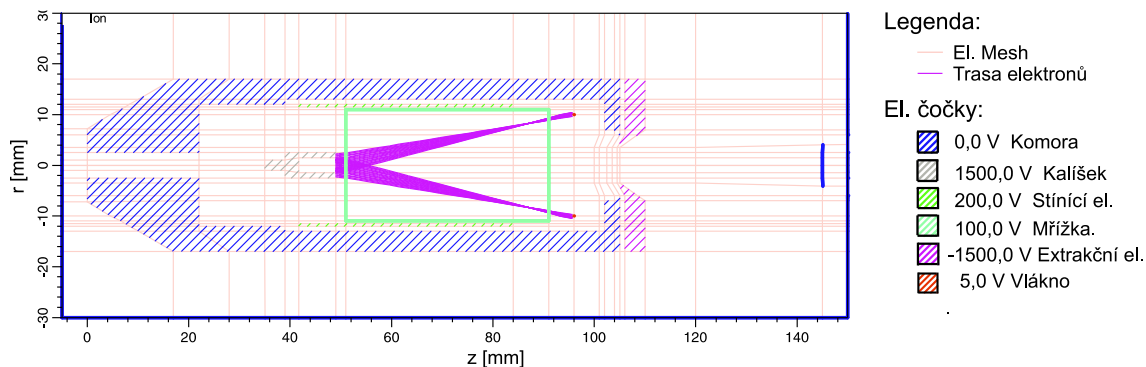
Obrázek 50: Závislost hustoty proudu neutrálních částic a iontů na geometrických parametrech zdroje. Převzato z [61].

Rozložení vhodných potenciálů na jednotlivé části zdroje a trasování částic (elektronů a iontů) byly počítány v programu EOD s laskavým svolením Ing. Jakuba Zlámala, PhD. (spoluautor) [62]. Tento program počítá rozložení elektrického pole v okolí elektrod pomocí metody konečných prvků.

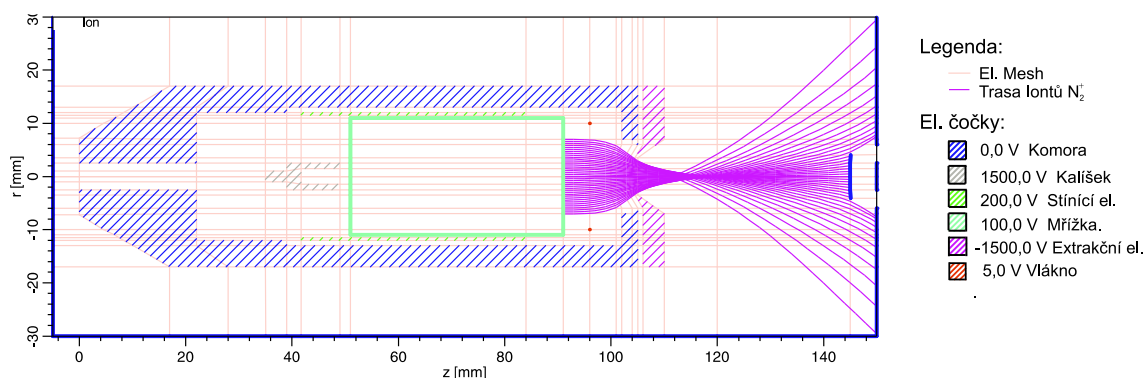
Elektrony potřebné pro ionizaci neutrálních částic a ohřev kalíšku jsou emitovány z wolfrámového vlákna. Polohou tohoto vlákna byla určena počáteční pozice elektronů při výpočtu jejich trajektorie. Elektrony byly voleny s počáteční energií 0,2 eV, tato hodnota přibližně odpovídá termální energii elektronu opouštějícího vlákno. Emitované elektrony jsou přitahovány ionizační mřížkou (válcová elektroda) a prochází skrz tuto mřížku. Uvnitř mřížky se nachází pole o konstantním potenciálu, kde elektrony prolétají rovnoměrně přímočaře. Elektrony vystupující z mřížky jsou urychleny na kalíšek. Trasa těchto elektronů je zobrazena na obrázku 51.

Předpokládaný vznik iontů Ga^+ , N_2^+ je uvnitř prostoru stínící mřížky v trase elektronů, jež byla vypočtena v předchozím kroku. Převážná většina iontů vznikne v prostoru uvnitř ionizační mřížky, kde je definován konstantní potenciál daný napětím na mřížce. Energie vzniklého iontu je pak rovna rozdílu elektrického potenciálu mezi místem vzniku iontů a měřeným místem. V ideálním případě, když zanedbáme srážky elektronů s atomy či ionty, putují vzniklé ionty uvnitř stínící mřížky stálým směrem a konstantní termální rychlostí k okraji stínící klece směrem od kalíšku. Jakmile však jakmile nabitá částice opustí prostor stínící mřížky je urychlována okolním elektrickým polem. Z těchto důvodů bylo možné počátek trasování iontů zvolit na čelní část stínící mřížky. Trajektorie těchto iontů je zobrazena na obrázku 52. Z obrázku je patrné, že takovéto geometrické uspořádání elektrod s danými potenciály, umožní převážné většině iontů dopadat na vzorek. V případě výpočtu byl vzorek umístěn 35 mm od čela zdroje.

Na základě získaných výsledků byl vytvořen návrh a následně zkonstruován iontově – atomární zdroj určený ke studiu růstu GaN vrstev.



Obrázek 51: Trasa elektronů v iontově – atomárním zdroji počítaná pomocí programu EOD.



Obrázek 52: Trasa iontů molekul dusíku N_2^+ v iontově – atomárním zdroji počítaná pomocí programu EOD.

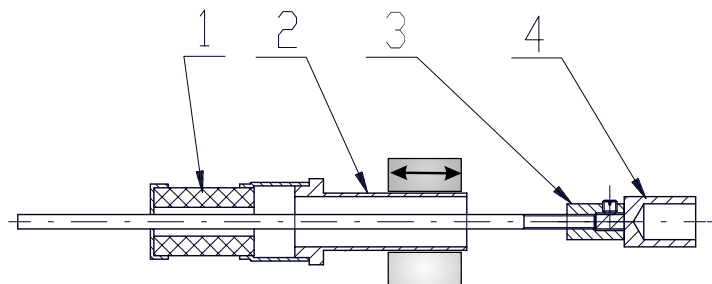
5.6 Konstrukční návrh iontově – atomárního zdroje pro GaN

Na jednotlivé konstrukční díly, ze kterých se skládá iontově – atomární zdroj, jsou různé požadavky na tvar a volbu materiálu. Při realizaci návrhu musely být dodrženy zásady konstruování pro UHV prostředí. V následujících podkapitolách jsou popsány detaily konstrukce jednotlivých konstrukčních dílů a jejich vliv na funkci zdroje.

5.6.1 Zdroj atomů Ga s termální energií

Neutrální částice Ga vznikají ve vnitřní části zdroje odpařováním ze zásobníku. Ohřev je realizován dopadem urychlených elektronů na zásobník. Elektrické zapojení je zobrazeno na obrázku 26 (b). Na konstrukci zásobníku Ga a jeho uložení byly kladeny následující požadavky:

- zásobník vydrží vysokou teplotu, jež je potřebná k odpařování Ga ($T = 1250$ K),
- umožnit změnu pozice zásobníku v ose zdroje,
- zásobník je elektricky izolován od ostatních částí zdroje,
- materiál zásobníku nesmí chemicky reagovat a difundovat do Ga,
- systém musí mít minimální rozměry,



Obrázek 53: Systém uchycení kalíšku umožňující pohyb v ose iontově–atomárního zdroje: 1 - keramická průchodka, 2 - nátrubek, 3 - spojka, 4 - molybdenový kalíšek.

- zásobník musí být z elektricky vodivého materiálu.

Na základě těchto požadavků byl navržen systém uchycení zásobníku. V praxi se často používá k výrobě kalíšku monokrystalický molybden. Tento polotovar je značně drahý, proto jsme se rozhodli pro první testovací experimenty použít k výrobě kalíšku polykrystalický molybden (značně levnější). Tento kalíšek je mechanicky připojen k vysokonapěťové elektrické průchodce. Průchodka byla upravena přivařením nátrubku, prostřednictvím kterého bude zajištěn pohyb v ose zdroje uvnitř měděného masivu, jak je znázorněno na obrázku 53. Tímto jednoduchým a levným způsobem můžeme nastavit vzdálenost kalíšku od výstupního otvoru dle dané potřeby.

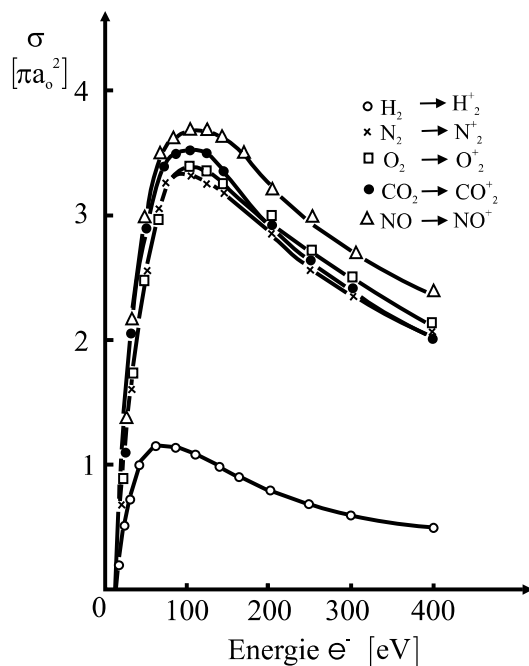
5.6.2 Tvorba iontů a jejich energie

Energie iontů dopadajících na substrát je dána rozdílem potenciálů mezi místem vzniku a dopadu iontů na substrát. Většina iontů vzniká pomocí srážky elektronu s neutrálním atomem či molekulou. Hustota iontového proudu tvořeného elektronově srážkovou ionizací je dána vztahem (26). Hodnota účinného ionizačního průřezu σ je závislá na energii srážejícího se elektronu. Tato závislost pro vybrané molekuly je zobrazena na obrázku 54. Odtud je patrná skutečnost, že pro molekuly dusíku se maximální hodnota ionizačního průřezu nachází v okolí hodnoty energie ≈ 100 eV.

Aby na substrát dopadaly ionty o stejné energii a ionizační efektivita byla maximální na daném úseku, bylo nutné v místě nejpravděpodobnějšího vzniku iontu vytvořit elektrické pole o konstantním potenciálu. Tento prostor s konstantním potenciálem jsme definovali pomocí válcové ionizační mřížky, která umožní průchod částicím a současně odstíní okolní elektrické pole. K první konstrukci jsme použili pletenou síťku z nerezové oceli s velikostí oka $0,16 \times 0,16$ mm². Tato ionizační klec byla vyrobena pomocí bodového svařování a umístěna na izolované závitové tyči M2. Ionizační klec je k těmto závitovým tyčím připevněna pomocí matic, které umožní změnu polohy ionizační klece v prostorů zdroje, a tím ovlivnit parametry zdroje, (viz obrázek 55).

5.6.3 Uložení vnitřní elektrody

Z důvodů udržení elektronů na optimální trase směrem ke kalíšku jsme se rozhodli umístit do dutiny zdroje další elektrodu. Tato elektroda musela být izolována jak od ionizační mřížky, tak i od ostatních částí iontově–atomárního zdroje, které jsou na potenciálu země. Konstrukce uložení této elektrody byla komplikována omezeným prostorem mezi ionizační klecí a vnitřním obalem zdroje. Přesto bylo navrženo a následně vyrobeno uložení elektrody mezi přesně obrobenými keramickými



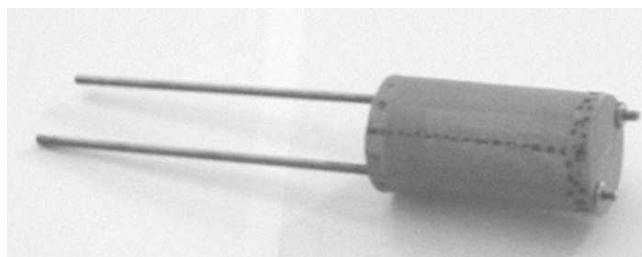
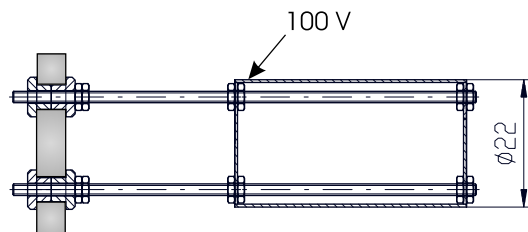
Obrázek 54: Hodnoty ionizačního průřezu σ pro vybrané molekuly plynů, převzato z experimentálních dat [63]-[69].

kroužky. Tyto izolační kroužky byly zhotoveny z bezpórovité zirkonoxidové (ZrO_2) keramiky. Tvar a způsob uložení zmíněné elektrody je zobrazen na obrázku 56.

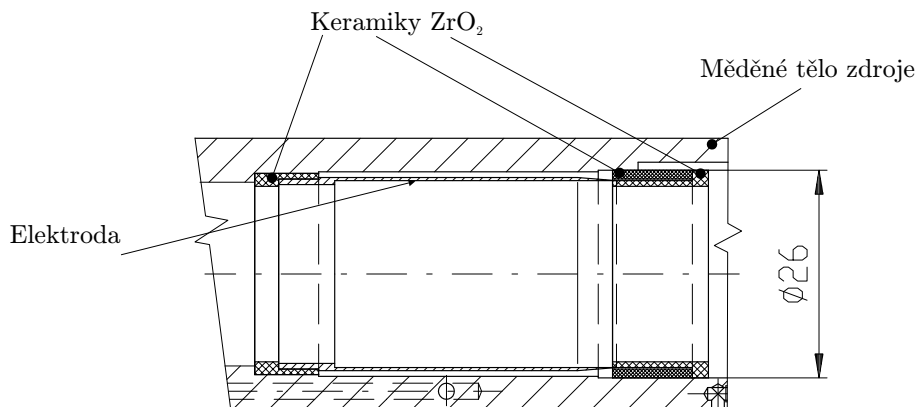
5.6.4 Katoda

Katoda, sloužící jako zdroj elektronů, byla zhotovena z wolframového vlákna o průměru $\phi = 0,15$ mm. Povrch použitého vlákna byl pokryt vrstvou thoria. Napětí do prostoru zdroje bylo na katodu přiváděno pomocí elektrických průchodek přes měděné víčko z čelní části zdroje.

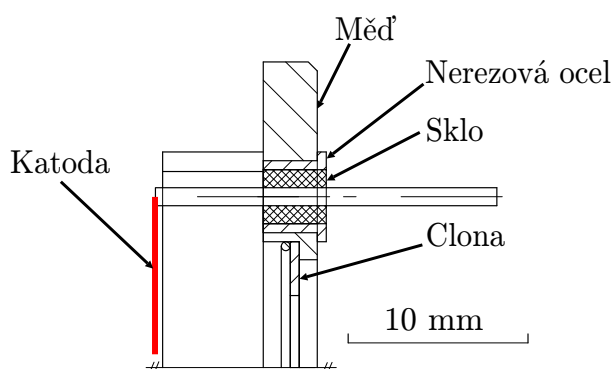
Průchodka byla pájena k měděnému víčku s použitím nerezové vložky ve spolupráci s Ústavem přístrojové techniky v Brně, (viz obrázek 57). Izolace samotné kovové (kovar) vodivé části průchodky, byla realizována zatavením skleněné korálky. Takto vyhotovený spoj sklo - nerezová ocel



Obrázek 55: Vlevo náčrsek ionizační mřížky vytvářející uvnitř konstantní potenciál, vpravo fotografie vyrobené mřížky.



Obrázek 56: Uložení vnitřní elektrody v pracovní části iontově-atomárního zdroje.



Obrázek 57: Náčrtek měděného víčka s napájenými průchodkami, sloužící k připojení wolframové katody.

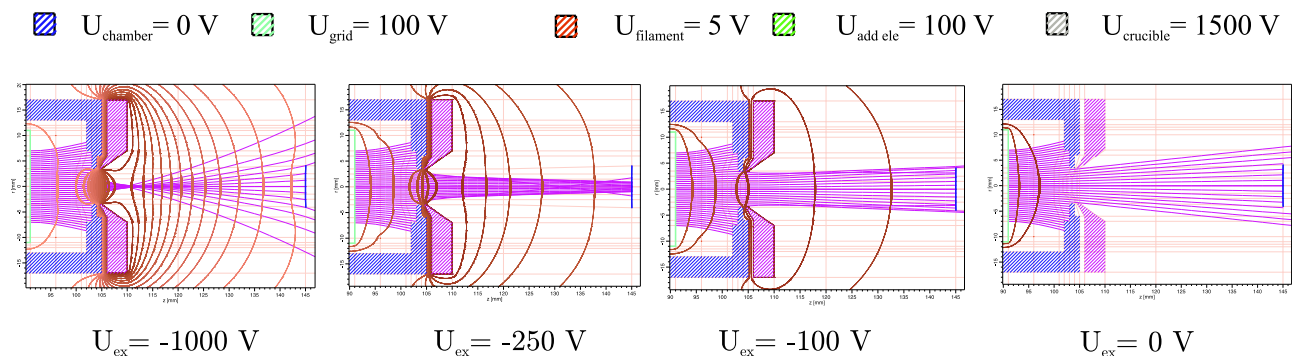
- měď dostatečně kompenzuje pnutí vznikající různou tepelnou roztažností materiálů. Samotná wolframová katoda byla k průchodkám přichycena bodovým svařováním.

5.6.5 Extrakční elektroda

Extrakční elektroda je určena k extrakci iontů z vnitřní části zdroje. V případě kladných iontů je na tuto elektrodu přivedeno záporné elektrické napětí. Tvar elektrody může podstatně ovlivnit vlastnosti iontového svazku (homogenitu, intenzitu, profil). Uvedené parametry jsou také silně ovlivněny přivedeným elektrickým napětím na této elektrodě. Na obrázku 58 jsou zobrazeny výsledky simulací provedených v programu EOD pro různá napětí na extrakční elektrodě. Z vyznačených trajektorií dusíkových iontů (energie 100 eV) vystupujících ze zdroje je patrné, že jak příliš vysoké, tak i nízké extrakční napětí způsobuje rozostření iontového svazku. Volba optimálního extrakčního napětí je rovněž závislá na velikosti výstupního otvoru a na energii vystupujících iontů.

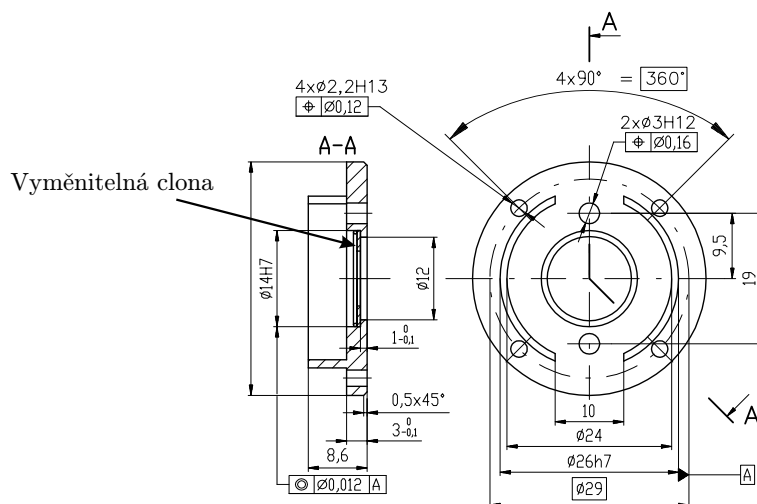
5.6.6 Extrakční otvor

Tvar a velikost výstupního otvoru do značné míry ovlivňuje pološířku intenzity výsledného neutrálního atomárního svazku a zároveň nám zajišťuje vhodný spád tlaků mezi vnitřní částí zdroje a



Obrázek 58: Trajektorie iontů dusíku vystupujících ze zdroje pro různá extrakční napětí -1000 V, -250 V, -100 V, 0 V. Výpočty byly prováděny s průměrem výstupního otvoru $\phi = 8 \text{ mm}$ v programu EOD.

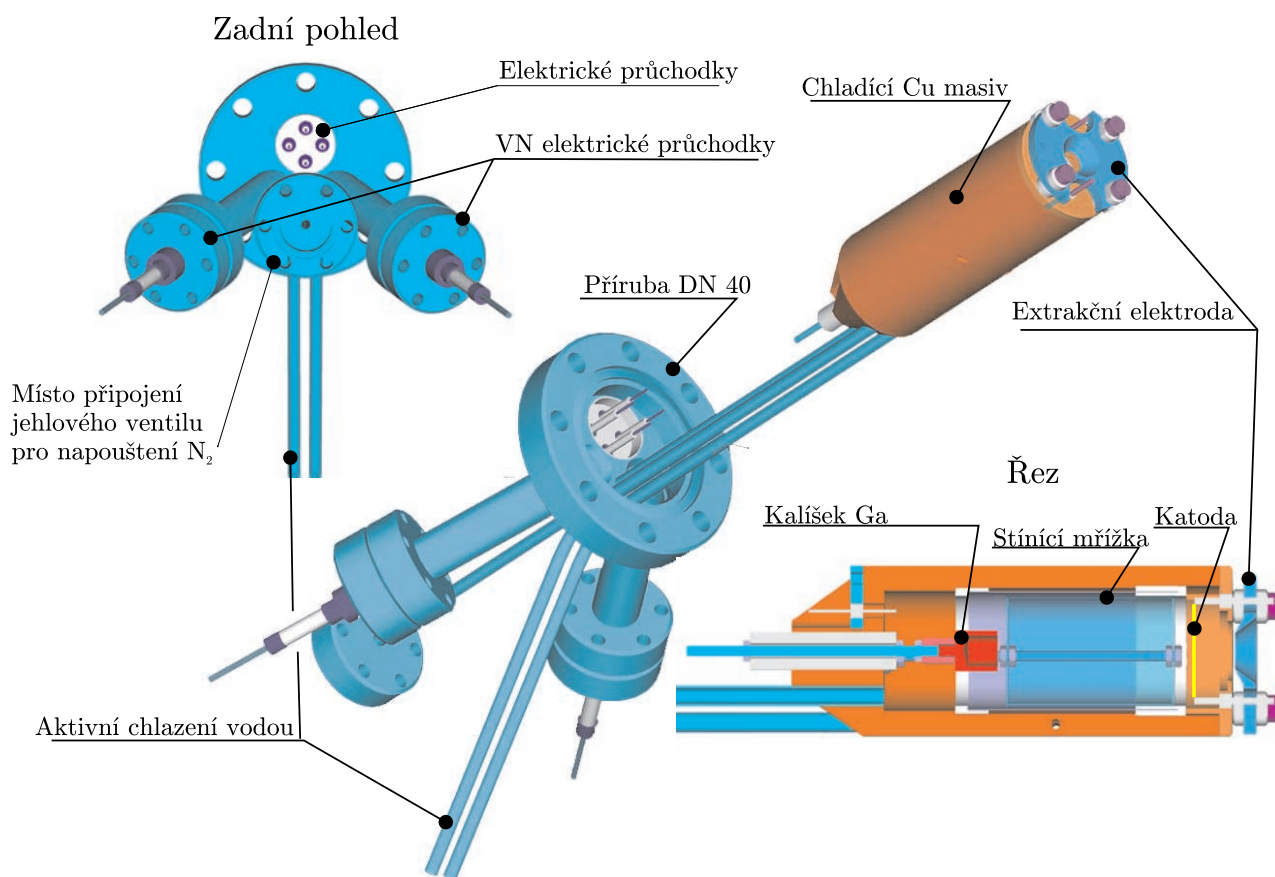
UHV komorou. Tento tlak má vliv na tvorbu kladných iontů ve zdroji. Rozměry a tvar zmíněného otvoru také ovlivňují elektrostatické pole v jeho okolí a tudíž i působí na množství extrahovaných iontů z prostoru zdroje. Námi navrhovaný otvor je tvořen kruhovou clonou, která je pomocí pružiny držena ve středu měděného víčka. Výměnou této clony lze měnit rozměry extrakčního otvoru dle potřeb daného experimentu.



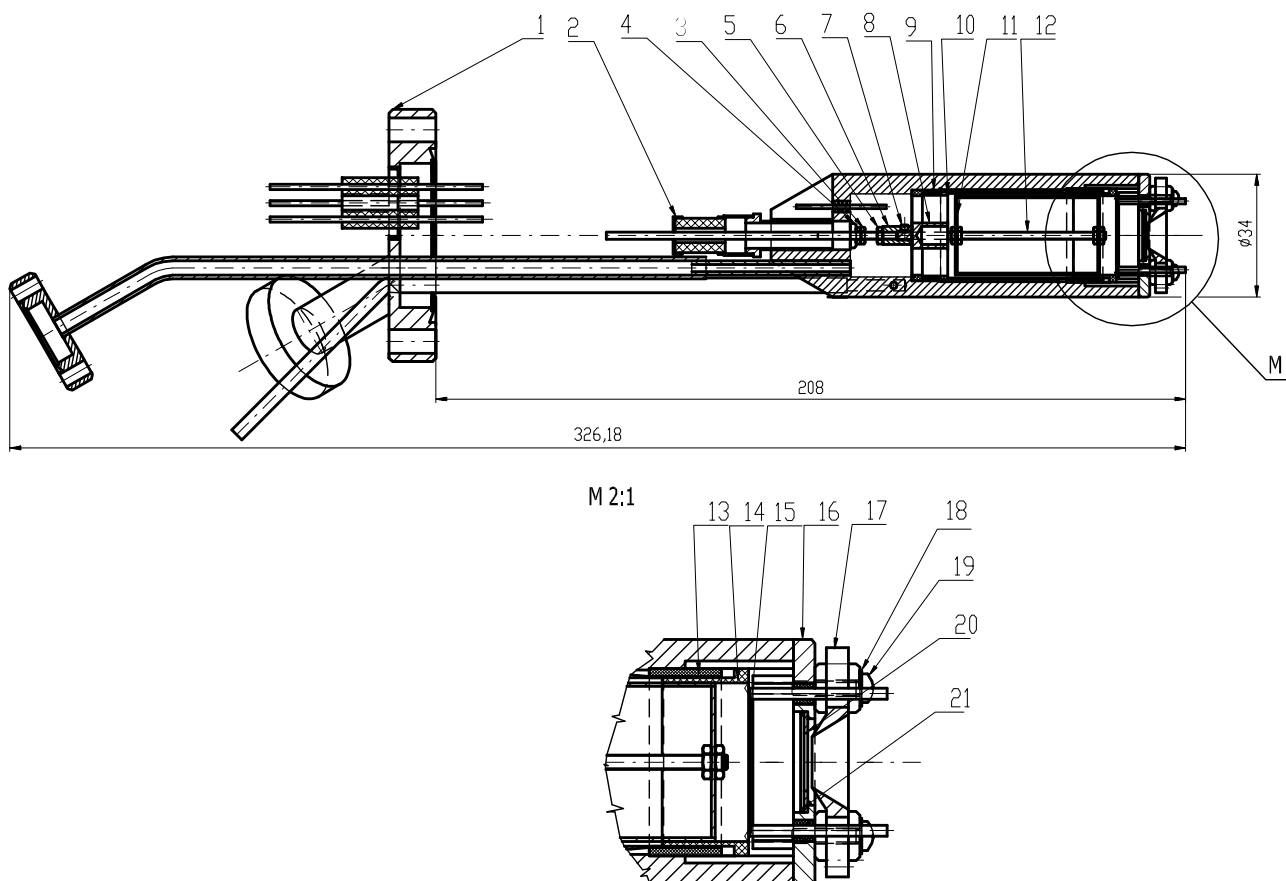
Obrázek 59: Návrh víčka s extrakčním otvorem, který lze měnit výměnou clony dle potřeb experimentu.

5.6.7 Konstrukční návrh iontově – atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev

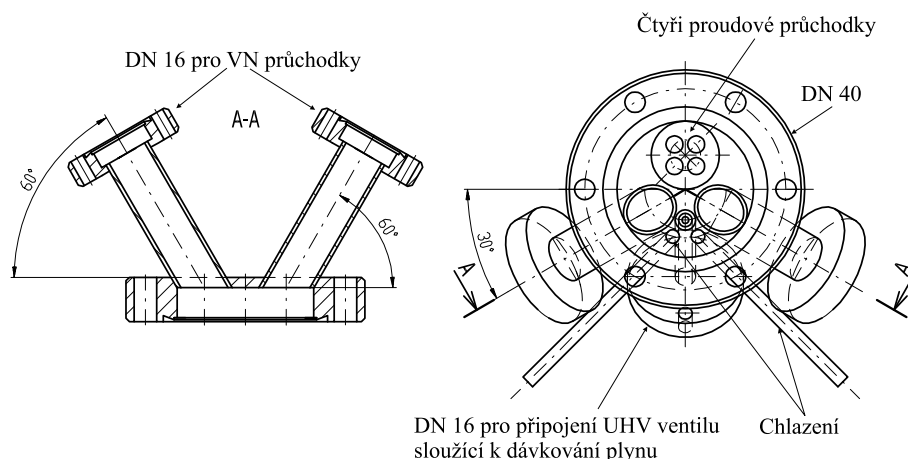
Po výše uvedené analýze funkcí a vlastností jednotlivých částí iontově – atomárního zdroje pro depozici ultratenkých vrstev GaN byla vyhotovena výkresová dokumentace a vytvořen 3D model zdroje. Návrh zdroje v 3D podobě je zobrazen na obrázku 60. Tento konstrukční návrh bylo nutno přizpůsobit požadavkům laboratoře na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT. Na základě uvedeného 3D modelu byla vyhotovena kompletní výkresová dokumentace, která byla užita pro výrobu. Výkres sestavení je zobrazen na obrázku 61.



Obrázek 60: 3D model iontově – atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev.



Obrázek 61: Výkres sestavení iontově-atomárního zdroje: 1 - příruba DN 40, 2 - vysokonapěťová elektrická průchodka pro přívod napětí na kalíšek, 3 - matice M2, 4 - keramiky, 5 - matice M2, 6 - spojka pro připojení kalíšku, 7 - šroub M2, 8 - Mo kalíšek, 9 - keramiky ZrO_2 , 10 - elektroda, 11 - stínící mřížka, 12 - vodící závitové tyče M2, 13, 14 - keramiky ZrO_2 , 15 - wolframové vlákno průměr 0,15 mm, 16 - víčko, 17 - extrakční elektroda, 18 - keramiky, 19 - šroub M3, 20 - výstupní clona, 21 - pružina.

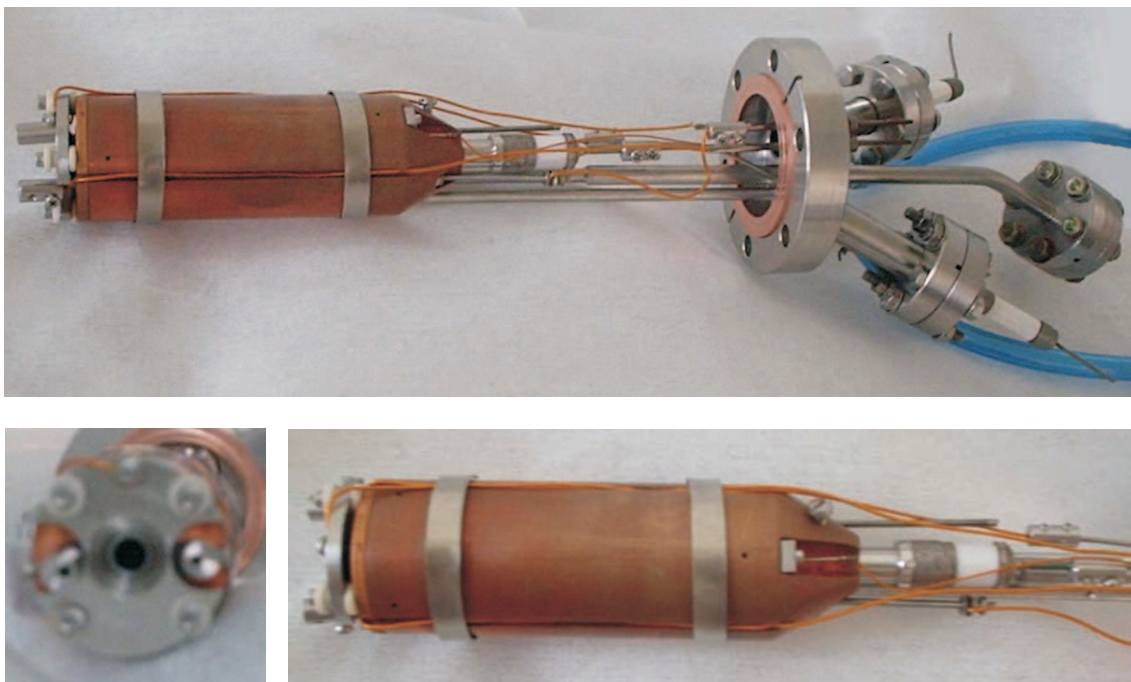


Obrázek 62: Návrh uspořádání přivařených komponent na hlavní přírubě DN 40 iontově–atomárního zdroje.

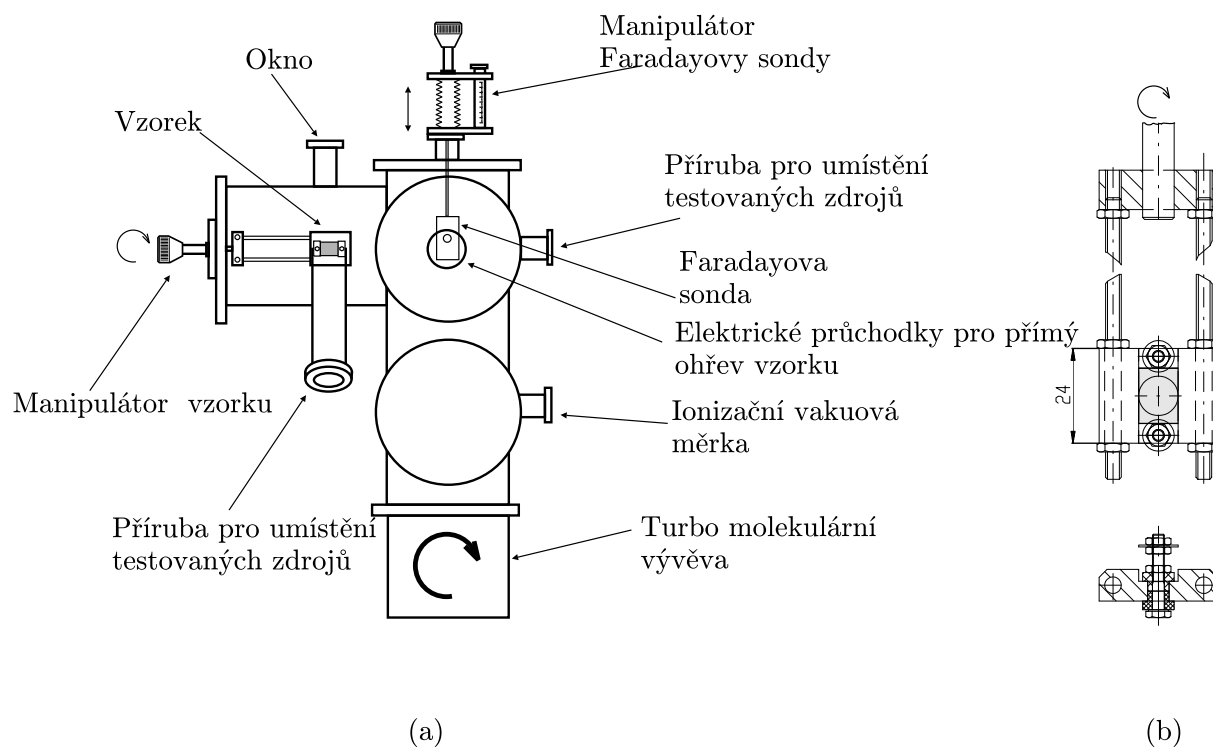
K výrobě chladicího válce, jenž zároveň tvořil tělo zdroje, byla použita měď o velmi vysoké čistotě 99,995 % (tzv. *Free - Oxygen Copper*). Tento měděný chladicí masiv byl připájen k nerezovým trubičkám, které jsou určeny k přívodu a odvodu chladicí kapaliny (voda). Stejným způsobem byl připojen i přívod plynu do pracovní komory zdroje. Samotné tělo zdroje bylo přivařeno přes uvedené přívodní trubičky k přírubě DN 40. Na tuto přírubu bylo nutno ještě umístit dvě elektrické vysokonapěťové (napětí na extrakci a kalíšek) a čtyři proudové průchodky. Rozmístění a navaření průchodek přímo na přírubu nemohlo být uskutečněno z důvodů nedostatku místa a následné nesvařitelnosti. Z tohoto důvodu bylo navrženo jiné řešení, kdy k přírubě DN 40 byly přivařeny pod úhlem 60° stupňů trubky, které byly zakončeny přírubou DN 16, jak je znázorněno na obrázku 62. Jednotlivé vysokonapěťové průchodky pak byly navařeny do protikusů přírub DN 16. Oddělení průchodek od hlavní příruby je zvláště výhodné v případě poškození samotných průchodek (snadná výměna). Všechny sváry bylo nutno provádět v ochranné argonové atmosféře. Tato technologie svařování je pro dosahování UHV tlaků nutností. Navržený iontově–atomární zdroj byl přijat patentovým úřadem za účelem získání patentu pod číslem patentové přihlášky 2008/023.

5.7 Testování iontově – atomárního zdroje

Testování iontově–atomárního zdroje proběhlo v několika fázích, při kterých byly testovány jednotlivé provozní módy (dostavec 5.3). V první fázi bylo nutno ověřit kompatibilitu zdroje s UHV prostředím a schopnost tvorby svazků dusíkových iontů. Za tímto účelem byla sestavena testovací UHV aparatura, která byla čerpána turbomolekulární vývěvou. V komoře byla umístěna ionizační vakuovová měrka a Faradayova sonda (odstavec 3.2.1). Touto sondou lze studovat charakteristické vlastnosti iontového svazku (proud iontů, profil iontového svazku, energii iontů). Uspořádání testovací aparatury je znázorněno na obrázku 64 (a), mezní tlak v této komoře byl $p_b = 1 \cdot 10^{-7}$ Pa. Pro účely testovacích depozic byl zhotoven jednoduchý držák vzorků, který umožňoval natáčení vzorku kolem jeho osy, viz obrázek 64 (b). Vyhotovený manipulátor také umožňoval ohřev vzorku realizovaný přímým průchodem elektrického proudu.



Obrázek 63: Fotografie vyrobeného iontově – atomárního zdroje před instalací do UHV prostředí.



Obrázek 64: (a) Schéma uspořádání testovací UHV aparatury, která byla užita pro testování atomárních a iontových zdrojů. (b) Držák vzorku umožňující jednoduchou manipulaci se vzorkem v testovací UHV komoře.

5.7.1 Testování - mód iontový zdroj

Cílem provádění těchto testů byla snaha získat iontový svazek a zmapovat základní povědomí o chování přístroje v módu iontový zdroj. Jak již bylo uvedeno, zdroj pracuje na principu elektronově-srážkového iontového zdroje s pracovním plynem N_2 . Pomocí jehlového UHV ventilu byl do vnitřního prostoru zdroje napouštěn dusík o čistotě 99,999 %, dokud tlak v testovací komoře nedosáhl $p_{N_2} = 1,1 \cdot 10^{-4}$ Pa.

Pro nastavené hodnoty napětí a proudu na jednotlivých částech zdroje ($U_{\text{Kalíšku}} = 1900$ V, ionizační mřížka $U_I = 110$ V, extrakční elektroda $U_{\text{ex}} = -1500$ V a proud vláknem $I_v = 2,55$ A), byla zaznamenána první hodnota maximálního iontového proud $I_{\text{terč}} = 600$ nA. Tento proud byl měřen přes celou plochu Faradayovy sondy (32×17 mm²), která byla na potenciálu země. Při takto nastavených parametrech zdroje byl proud elektronů dopadajících na kalíšek jen $I_e = 0,6$ mA.

Nicméně v průběhu testování (cca po 5 minutách) došlo k postupnému poklesu iontového proudu až na nulovou hodnotu a současně k nárůstu zkratového proudu mezi ionizační mřížkou a zemí.

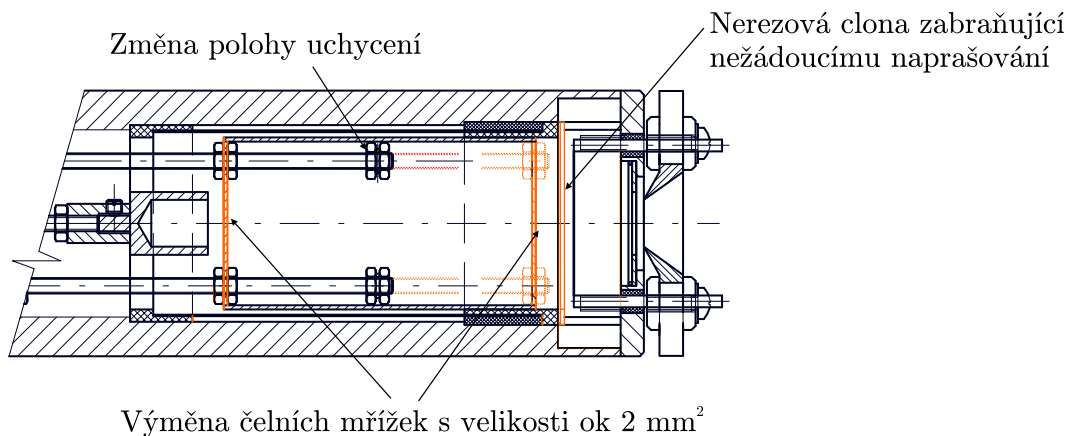
Následná kontrola vnitřních částí zdroje prokázala, že elektrické propojení mezi ionizační mřížkou a zemí bylo způsobeno tenkou vodivou vrstvou, která se vytvořila na izolujících ZrO_2 keramikách. Růst nežádoucí vodivé vrstvy pravděpodobně způsobilo naprašování vyražených částic z vnitřních ploch zdroje. Naprašování je jev, který mohou způsobovat „zbloudilé“ ionty s vysokou energií, které dopadaly na součásti zdroje. Uvedený nepříznivý jev je častým problémem při konstrukci iontových zdrojů. Tímto způsobem modifikované ZrO_2 keramiky byly čištěny v roztoku H_2O_2 a HCl (poměr 1:1).

Zamezit nežádoucímu povlakování lze:

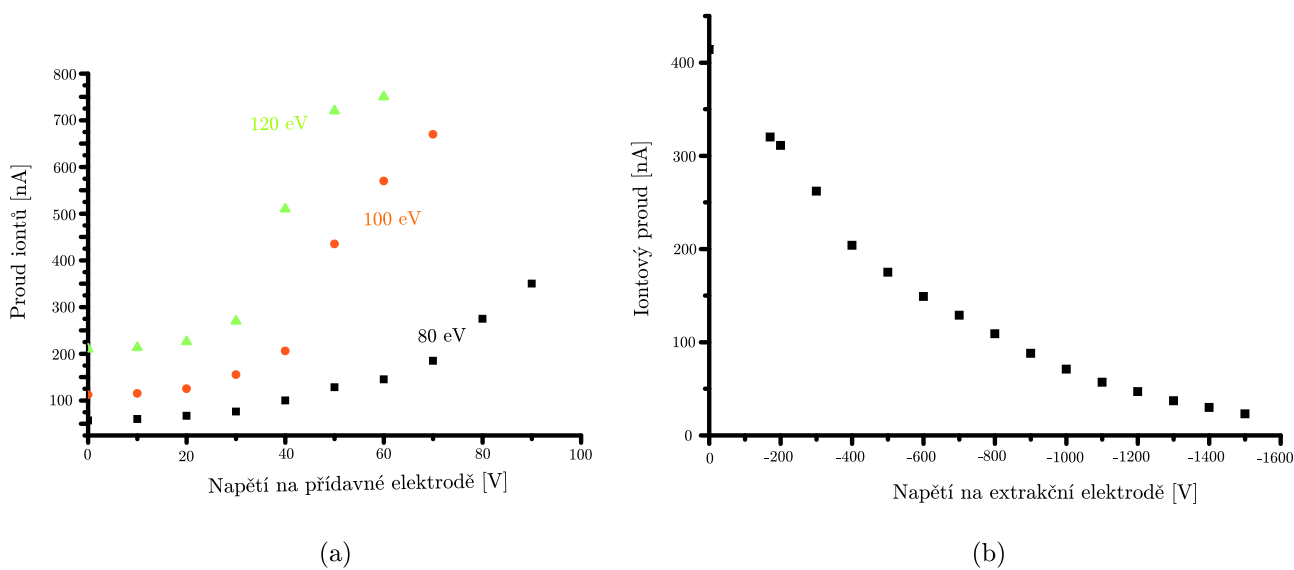
- pomocí kovového štítu pro odstínění naprašovaných částic,
- úpravou povrchu keramik tak, aby nedocházelo ke vzniku kontinuální vodivé vrstvy („bludiště“),
- úpravou vnitřního uspořádání zdroje,
- odstranění naprašovaných dílů (keramiky).

Pro zamezení tvorby vodivých povlaků na keramických kroužcích byl navrhnut ochranný štít (kroužek) z nerezové oceli. Ten byl umístěn mezi keramickým kroužkem a měděným víčkem. Dále byly provedeny úpravy v konstrukci ionizační mřížky. Tyto úpravy se sestávaly z přesunu matic zajišťujících uchycení ionizační mřížky do jejího vnitřního prostoru. Při testování bylo také zjištěno, že maximální výkon potřebný k ohřevu kalíšku pomocí dopadajících elektronů byl velmi malý ($P = 1,14$ W). Tento nízký výkon byl zapříčiněn nízkým proudem prošlých elektronů ionizační mřížkou. Z těchto důvodů jsme se rozhodli snížit hustotu otvorů (ok) na ionizační mřížce. Uvedené změny jsou znázorněny na obrázku 65.

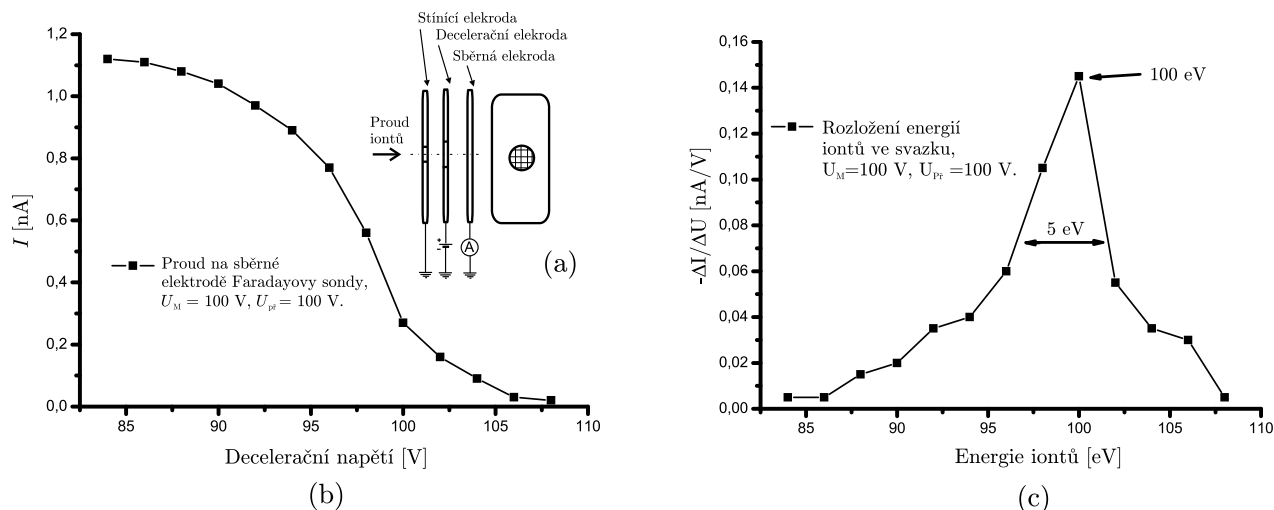
Pracovní doba zdroje se po provedení uvedených změn mnohonásobně prodloužila na cca $t \approx 10$ hodin. Po tuto dobu byly měřeny parametry iontového svazku a také zjišťován vliv napětí na jednotlivých součástech zdroje (elektrodách) na intenzitu svazku. Vliv napětí na přídavné elektrodě na iontový proud byl měřen pro tři různé energie iontů (80, 100, 120 eV), kdy iontový proud byl opět sbírán z celé plochy Faradayovy sondy (32×17 mm²), viz obrázek 66 (a). Zde je patrný nárůst iontového proudu se zvyšujícím se napětím na této elektrodě. Na obrázku 66 (b) je zaznamenána závislost celkového proudu iontů dopadajících na celou čelní plochu Faradayovy sondy na extrakčním napětí. Se zvyšujícím se záporným napětím docházelo ke snižování iontového proudu, což poukazuje na divergenci iontového svazku.



Obrázek 65: Schéma provedených úprav iontově – atomárního zdroje, které vedly k zamezení vzniku nežádoucí vodivé vrstvy na povrchu izolujících keramik, červeně jsou znázorněny provedené změny.



Obrázek 66: (a) Závislost iontového proudu na elektrickém napětí na přídavné elektrodě, které bylo měřeno pro tři různé energie iontů (80, 100, 120 eV). (b) Vliv iontového proudu měřeného přes celou plochu Faradayovy cely na napětí na extrakční elektrodě pro energii $E = 100$ eV.



Obrázek 67: (a) Schéma decelerační elektrody opatřené mřížkou, (b) závislost iontového proudu na deceleračním napětí, (c) spektrum energií iontů obsažených ve svazku.

5.7.2 Měření energie iontů

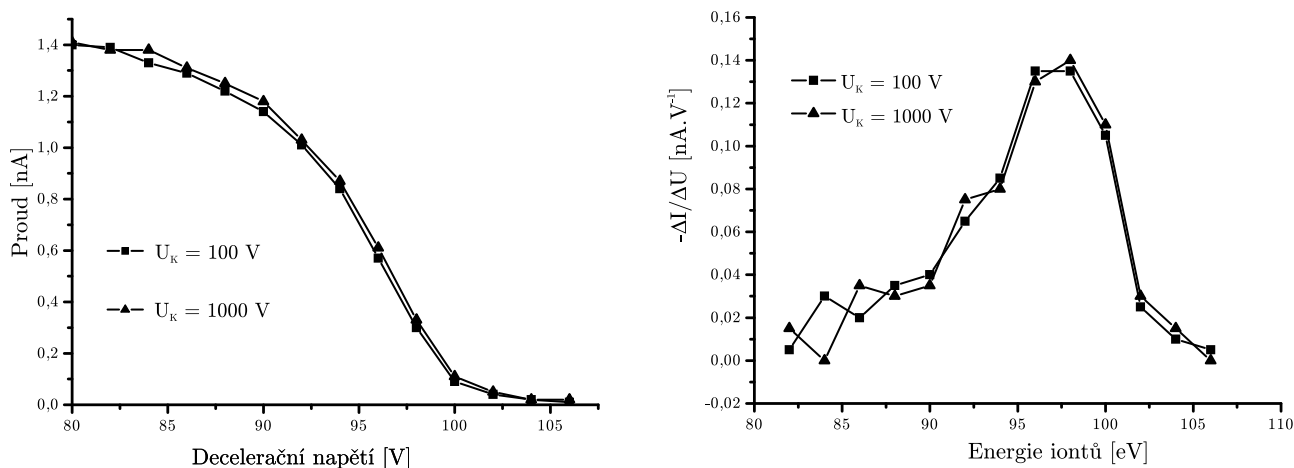
Energie iontů je jedním z důležitých parametrů charakterizujících iontové svazky. Tato energie může zásadně ovlivnit vlastnosti rostoucí ultratenké vrstvy. Příliš vysoká energie dopadajících iontů může způsobovat odprašování deponovaného materiálu, případně také značně modifikovat (poškozovat) podkladový substrát. Nicméně volbou vhodné energie iontů můžeme pozitivně působit na růst tenké vrstvy, případně významně ovlivňovat vlastnosti vzniklé vrstvy (anizotropie, drsnost povrchu, mechanické napětí ve vrstvě, ...). Energie iontů byla měřena užitím Faradayovy sondy (viz odstavec 3.2.1), kde na decelerační elektrodu bylo přiváděno kladné elektrické napětí. Přítomností tohoto takzvaného brzdného napětí lze odstínit ionty o energii rovné nebo nižší (vyjádření v eV) než je nominální hodnota tohoto napětí. Otvor v decelerační elektrodě o průměru $\phi = 3$ mm byl opatřen wolframovou mřížkou z důvodu získání konstantního potenciálu po celé ploše otvoru, jak je schematicky znázorněno na obrázku 67 (a). Při tomto měření bylo čelo iontově-atomárního zdroje umístěno cca $x = 150$ mm od vstupního čela Faradayovy sondy a jako pracovní plyn byl použit dusík. Iontový proud dopadající na sběrnou elektrodu byl měřen pomocí pikoampérmetru (Keithley 420). Na obrázku 67 (b) je zobrazeno první měření pro základní nastavení³ iontově-atomárního zdroje, kdy na ionizační mřížce bylo přivedeno napětí $U_M = 100$ V a na přídavnou elektrodu napětí $U_{Pr} = 100$ V. Pro úplnost uvádím ještě ostatní parametry zdroje, proud vláknem $I_v = 6$ A, napětí na extrakční elektrodě $U_{Ex} = -260$ V a napětí na kalíšku $U_K = 100$ V⁴.

Pro úplnou představu je uvedeno na obrázku 67 (c) záporná derivace naměřených hodnot, kde jednotlivé body grafu jsou spojeny černou linkou. Z grafu vyplývá pološířka píku energie iontů přítomných ve svazku přibližně $FHWM = 5$ eV. Z grafu lze vypočítat maximální množství iontů kolem hodnoty energie $E = 100$ eV. Tato hodnota maxima energie iontů odpovídá nastavení zdroje a tím byl splněn jeden z cílů této práce.

Při konstrukci ionizační mřížky vyvstala otázka, zda tato ionizační mřížka dostatečně odstíní ionizační prostor od okolního potenciálu, především od vysokého napětí na kalíšku (přítomnost

³ Jednalo se o předpokládané nejčastěji používané nastavení zdroje.

⁴ Toto nastavení bylo použito i pro další měření energií iontů v této kapitole, na případné změny nastavení je upozorněno v textu.



Obrázek 68: Měření energie iontů Faradayovou sondou pro různá napětí na kalíšku $U_K = 1000$ a 100 V.

vysokoenergieových iontů ve svazku by mohlo způsobovat destrukci připravovaných ultratenkých vrstev). Z tohoto důvodu bylo provedeno měření energie iontů pro různá napětí na kalíšku $U_K = 1000$ V (trojúhelníky) a $U_K = 100$ V (čtverečky), které jsou uvedeny na obrázku 68. Z výsledků těchto měření vyplývá, že vyšší potenciál na kalíšku nemá podstatný vliv na celkové rozložení energií iontů ve svazku. Energie iontů ve svazku byla posunuta o méně než $\Delta E = 1$ eV.

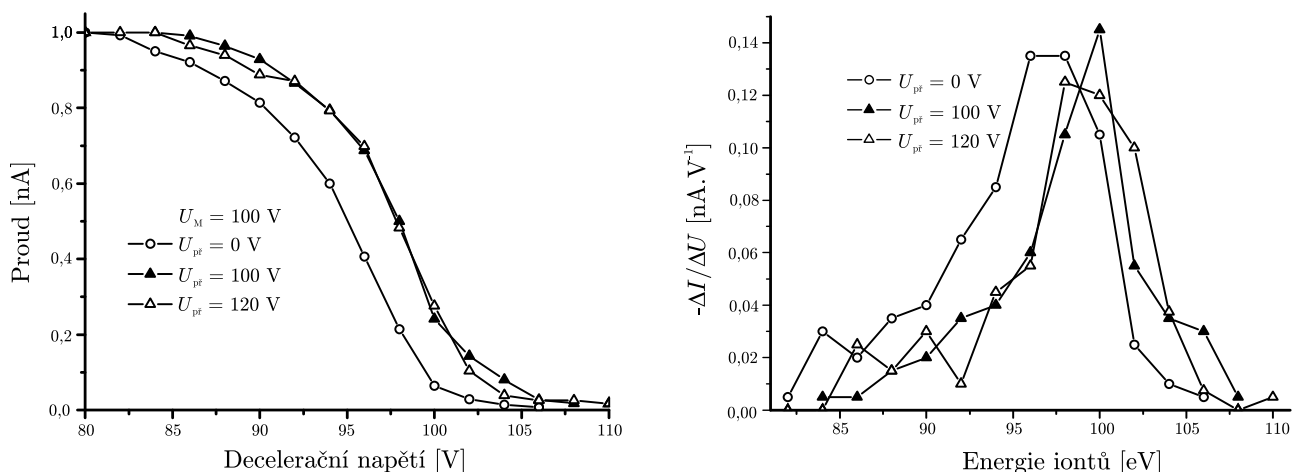
Přídavná elektroda má podstatný vliv na intenzitu iontového svazku vystupujícího ze zdroje a tak bylo otázkou, jak je ovlivněna touto elektrodou energie iontů. Měření bylo provedeno pro různá napětí na přídavné elektrodě (0, 100, 120 V). Z obrázku 69 je zřejmý posuv maxima k energii $E = 100$ eV, který tvořil přibližně $\Delta E = 3$ eV.

5.7.3 Depozice Ga vrstev a problém s ohřevem kalíšku

Při testování iontově-atomárního zdroje se vyskytl problém s nedostačujícím proudem elektronů dopadajících na kalíšek. Celkový výkon dopadajících elektronů se pohyboval kolem $P_K = 2$ W. Tento výkon byl nedostačující k ohřevu kalíšku na teplotu, kdy dochází k odpařování Ga ($T_{Ga} = 950$ °C). Značná část elektronů emitovaných z wolframového vlákna dopadala přímo na samotnou mřížku. Množství elektronů extrahovaných z vlákna je ovlivněno vzdáleností a rozdílem potenciálů mezi vláknem a ionizační mřížkou. Čím blíže je mřížka k vláknu, tím vyšší proud elektronů je emitován směrem k mřížce, ale současně je vyšší pravděpodobnost dotyku vlákna s mřížkou. Po sérii experimentu byla nastavena optimální vzdálenost od vlákna $x = 1,5$ mm.

Další alternativou, jak změnit množství elektronů dopadajících na kalíšek, byla možnost modifikace čel mřížky (použití sítky s jinou hustotou ok), případně jejich úplné odstranění. Úplné odstranění čel mřížky vede k pronikání vnějších elektrických polí do ionizačního prostoru. Takto vzniká nedefinovaný potenciál v prostoru ionizační mřížky, který by mohl významně změnit rozložení energií v iontovém svazku. Navíc by tato změna vedla ke změně ionizační pravděpodobnosti a tím pádem ke snížení celkového iontového proudu ve svazku.

Abychom získali představu o průbězích elektrostatického potenciálu ve vnitřní části zdroje (na ose) pro různé uspořádání ionizační mřížky (bez předního čela, bez obou čel, s oběma čely), byla



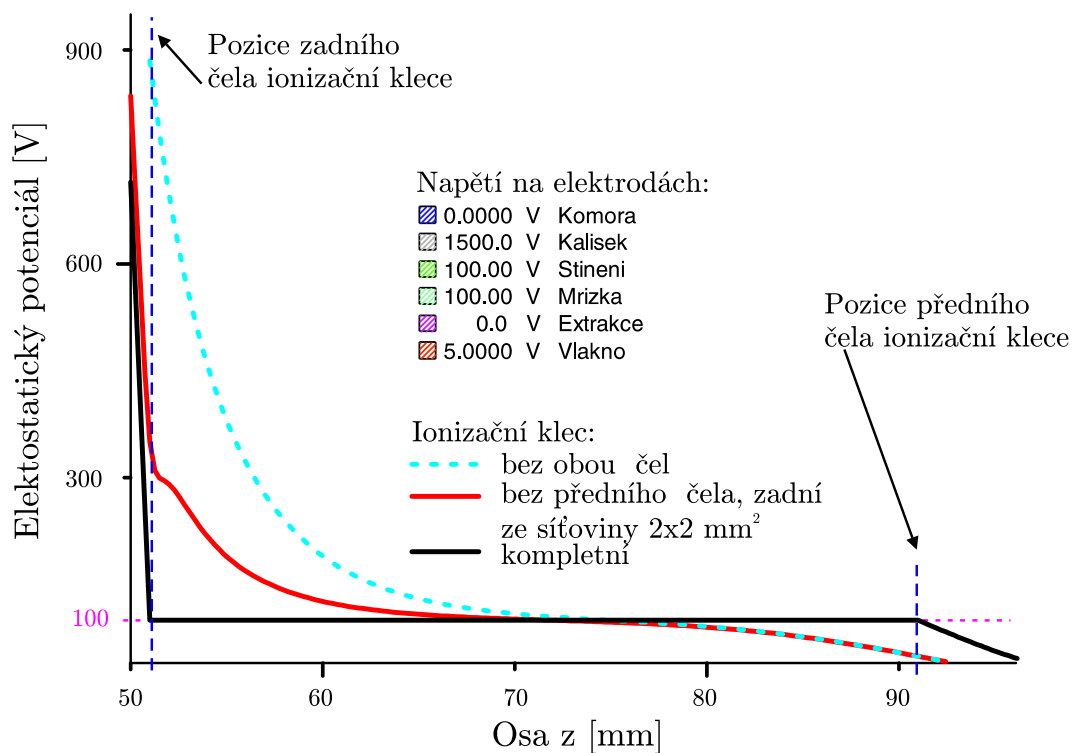
Obrázek 69: Vliv přídavné elektrody na energii iontů ve svazku pro nastavenou energii iontů 100 eV.

provedena simulace rozložení elektrického potenciálu pomocí programu EOD. Průběhy potenciálů pro tři různá uspořádání jsou zobrazena na obrázku 70. Příklad, kdy ionizační válcový prostor byl z obou stran uzavřen a čela byla modelována pomocí tenké propustné elektrody, je znázorněn černou křivkou. Průběh potenciálu vzniklého na ose zdroje při odstranění přední čelní plochy a tím odstranění jedné překážky elektronům v cestě směrem ke kalíšku je znázorněn pomocí červené křivky. Zde je nutno uvést, že zadní čelo bylo modelováno v tomto případě z bodů s roztečnou vzdáleností $x = 2$ mm (simulace mřížky). Jinou možností modifikace bylo odstranění obou čelních ploch ionizační mřížky, pro takovou situaci je elektrostatický potenciál znázorněn modrou čárkovanou čarou.

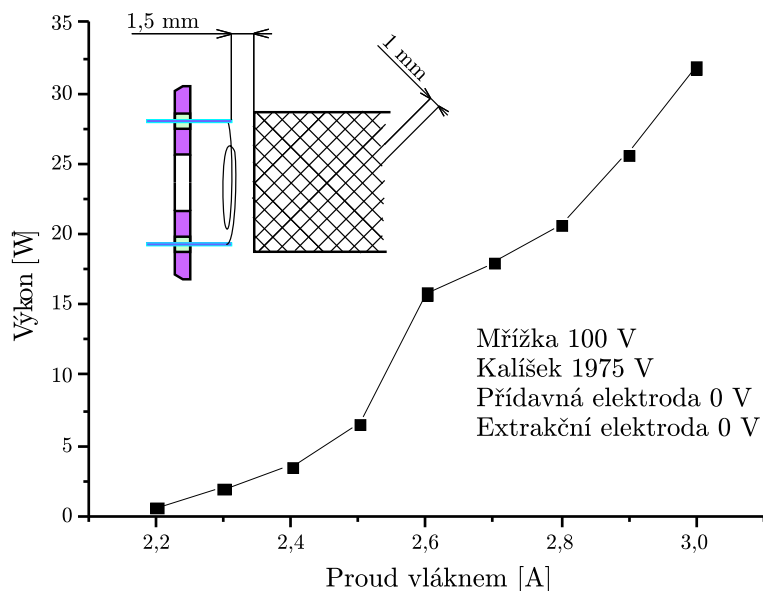
Při experimentech, kdy bylo z ionizační mřížky odstraněno přední čelo, došlo k značnému poklesu proudu emitovaných elektronů z hodnoty $I_M = 8,7$ mA na $I_M = 0,44$ mA. Pokles proudu elektronů byl způsoben nízkou intenzitou elektrického pole extrahujícího elektrony z povrchu vlákna. Z těchto výsledků vyplývá, že extrakce elektronů z vlákna je závislá na uspořádání předního čela ionizační klece. Bylo také zjištěno, že čím menší je hustota ok v čele sítě, tím jsme získávali menší proud extrahovaných elektronů z vlákna.

Čelo bylo vylisováno z nerezové pletené síťoviny o rozměrech ok 1×1 mm². Pro tuto mřížku byla naměřena závislost výkonu dopadajících elektronů na kalíšek na žhavicím proudu vláknem, (viz obrázek 71). Při těchto experimentech bylo dosaženo nejvyššího výkonu ohřívajícího kalíšek $P_k = 31,8$ W při proudu vláknem $I_v = 3$ A. Takový výkon je již dostačující k odpařování materiálů z kalíšku. Výkon ohřevu kalíšku bylo možno ještě dále zvyšovat žhavením vlákna až na hodnotu $I_v = 3,7$ A, ale při těchto vyšších žhavicích proudech docházelo k výraznému omezení životnosti vlákna.

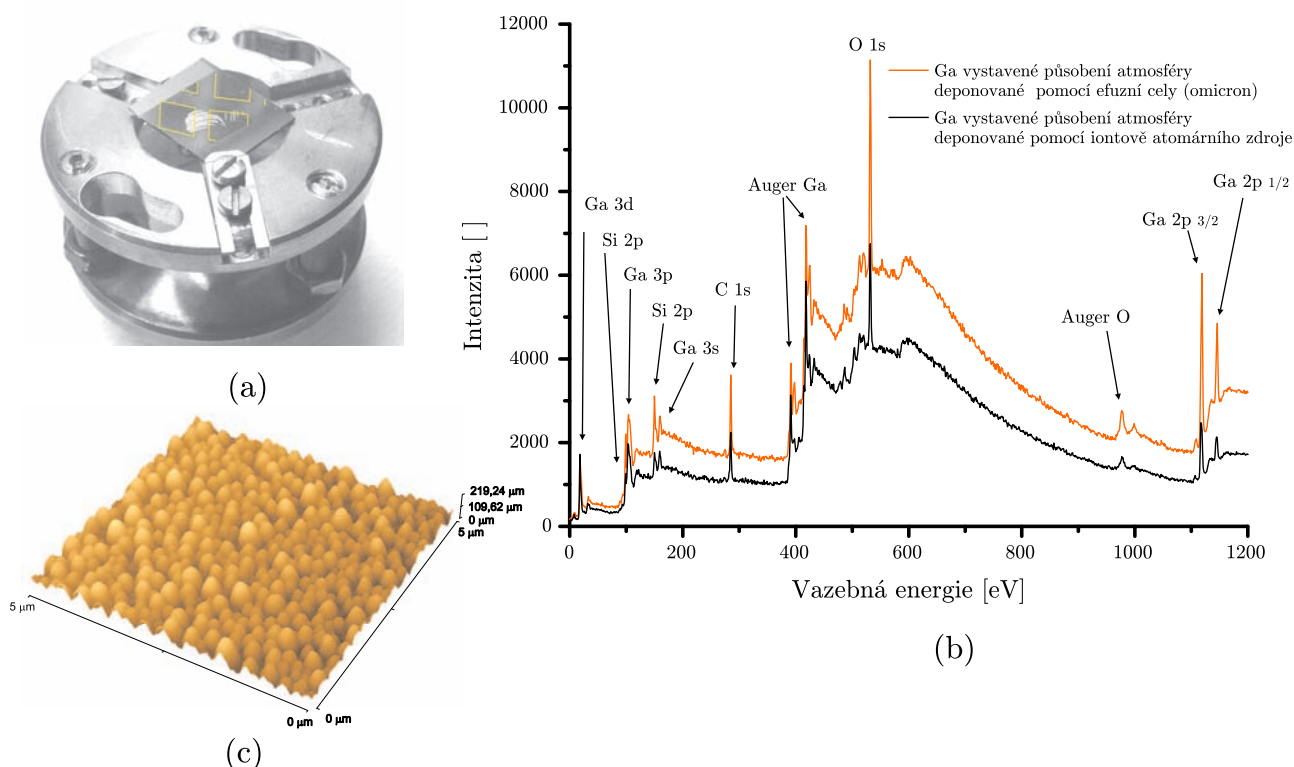
Po získání dostatečného proudu elektronů dopadajících na kalíšek mohlo být zahájeno testování iontově-atomárního zdroje v módu „efuzní cela“. K tomuto účelu byla UHV testovací komora upravena tak, aby bylo možno provádět depozici Ga. Z tohoto důvodu byl vyhotoven držák vzorků, který umožňoval rotaci vzorku a měření iontového proudu, viz obrázek 64 (b). Depozice byla provedena za pokojové teploty na substrát Si(111), který byl vzdálen od čela zdroje $l = 130$ mm. Základní tlak v komoře byl $p_B = 3 \cdot 10^{-6}$ Pa a při samotné depozici byl $p_p = 7 \cdot 10^{-5}$ Pa (zdroj a komora nebyly odplyněny). Výkon dopadajících elektronů na kalíšek s galliem byl $P = 19,5$ W. Galliová vrstva byla deponována po dobu $t = 15$ minut, během této doby se na vzorku vytvořila vrstva pozorovatelná okem. Vrstva na vzorku nebyla homogenní, byly zde patrné oblasti s inten-



Obrázek 70: Průběhy elektrostatičkého potenciálu v ose iontově – atomárního zdroje. Vykreslený elektrostatičký potenciál: (a) černou křivkou je pro ohraničený ionizační prostor s oběma čely modelovaný tenkou elektrodou, (b) červenou čarou je znázorněn průběh elektrostatičkého potenciálu bez předního čela, kdy zadní čelo byl modelováno z bodů vzdálených od sebe 2 mm, (c) modrou čarkovanou křivkou je znázorněn případ bez čelních ohraničení ionizačního prostoru.



Obrázek 71: Závislost výkonu na žhavicím proudu vlákna.

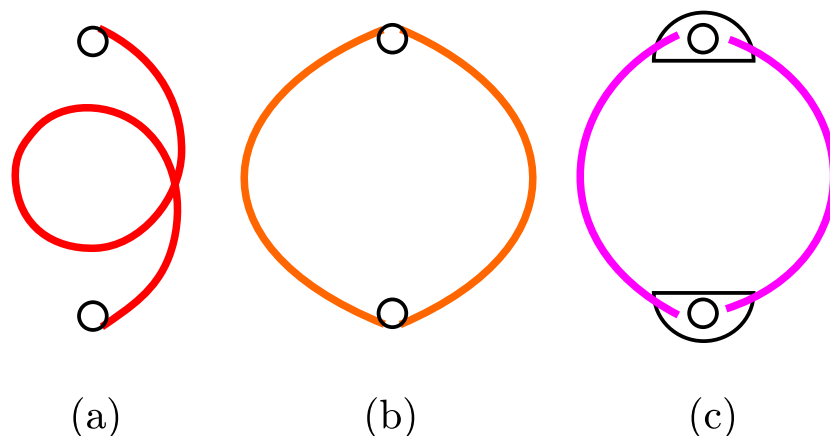


Obrázek 72: Depozice Ga na Si(111), (a) fotografie vzorku o rozměrech $10 \times 16 \text{ mm}^2$: žlutou čarou ohraničený pole se zvýšenou intenzitou pokrytí, (b) přehledová XPS spektra, černou čarou depozice Ga iontově-atomárním zdrojem a červenou čarou depozice Ga efuzní celou od firmy Omicron, (c) morfologie vrstvy měřena metodou AFM.

živnější pokrytí substrátu. Dle vzniklých obrazců na povrchu vzorku se jednalo o projekci čel ionizační mřížky. Na obrázku 72 (a) je zobrazena fotografie vzorku, kde jsou pomocí žlutých čar vyznačeny hranice polí s intenzivním pokrytím vzorku⁵. Připravený vzorek byl studován metodou XPS, kde byla potvrzena přítomnost gallia. Na obrázku 72 (b) je porovnání přehledové spektrum námi připraveného vzorku (černá čára) se vzorkem galliové vrstvy na Si(111) deponované komerční efuzní celou od firmy Omicron (červená čára). Morfologie povrchu připravené vrstvy Ga byla měřena metodou AMF a výsledek měření je zobrazen na obrázku 72 (c). Zde je patrný ostrůvkovitý růst vrstvy, který je charakteristický právě pro gallium na křemíku.

Z experimentů uvedených výše bylo zjištěno, že extrakce elektronů z vlákna je realizována napětím na přední čele části ionizační mřížky. Z těchto důvodů nemohla být celá přední část ionizační klece odstraněna. Proto došlo k úpravě čela ionizační mřížky, při které byla odstraněna oka ze středu mřížky. Touto úpravou jsme docílili rovnoměrného pokrytí vzorku. K vyhodnocení testu zdroje je nutno vyzvednout skutečnost, že během depozice nebyl změřen žádný zkratový proud, který by mohl umožnit například vrstvy nadeponované na vnitřní části zdroje.

⁵Výrazná bílá skvrna uprostřed vzorku byla způsobena neopatrnou manipulací se vzorkem po depozici.



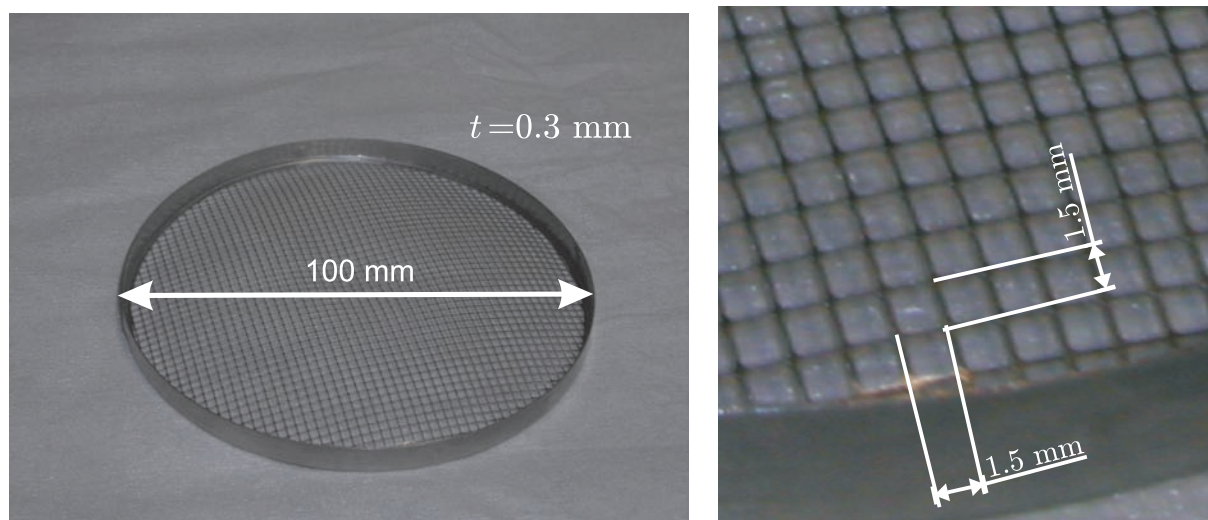
Obrázek 73: Upevnění wolframového vlákna k průchodkám, (a) standardně užívané uchopení vlákna u efuzních cel, (b) paralelní uspořádání vlákna, (c) paralelní uspořádání vlákna bodovým svařováním přivařeno na podložku.

5.7.4 Konstrukční úpravy iontově – atomárního zdroje

Během testování iontově–atomárního zdroje docházelo k častým poruchám, které vyžadovaly opravu mimo UHV komoru. Tyto opravy a nastavení musely být uskutečněny po vytažení zdroje z testovací komory. Provádění takovýchto oprav je velmi problematické ve velkých UHV aparaturách, zejména z důvodu značné časové i energetické náročnosti. Nejčastější závadou byl dotyk ionizační mřížky s vláknem. Z těchto důvodů bylo nutno nalézt optimální konstrukci jak vlákna, tak i samotné mřížky. Wolframové vlákno bylo k průchodkám připevněno pomocí bodového svařování. Ohřevem vlákna na pracovní teplotu často docházelo k deformaci vlákna a posléze dotyku tohoto vlákna s mřížkou. Z tohoto důvodu byly testovány různé způsoby uchycení vlákna k průchodkám. Na obrázku 73 (a) je zobrazeno často užívané uchopení vlákna u efuzních cel. Toto uspořádání, které bylo užito při prvních experimentech, se nejevilo jako příliš vhodné, z důvodu pnutí ve vlákně, které způsobovalo po zahřátí značné pohyby vlákna směrem k mřížce nebo od ní.

Jiný systém uspořádání wolframového vlákna, který vykazoval vyšší stabilitu je zobrazen na obrázku 73 (b). Zde byla použita dvě paralelně zapojená vlákna. Pro přesnější umístění vlákna byly zhotoveny nerezové půlměsíce, které umožnily definovat přesněji rovinu vlákna a omezily značné pohyby vlákna, viz obrázek 73 (c).

Další částí iontově–atomárního zdroje, která vyžadovala konstrukční úpravy, byla samotná ionizační mřížka. Ta byla vyhotovena z nerezové pletené sítky, která se při ohřevu (nebo manipulaci) rozpadávala. Takovouto mřížkou bylo velice obtížné nastavovat optimální vzdálenosti vlákna od této mřížky. Další problém byl ve značné hrubosti samotných nerezových vláken, z kterých byla mřížka spletena. Po hledání různých konstrukčních variant ionizační mřížky se jevila nejvhodnější ta varianta, při které je mřížka vyrobená z leptaného nerezového plechu. Jako výchozí materiál k výrobě ionizační mřížky byla použita mřížka, která sloužila jako ochranná mříž nad lopatkami turbomolekulární vývěvy. Fotografie této mřížky je zobrazena na obrázku 74. Z této mříže bylo vyrobeno tělo ionizační klece a také čelo ionizační mřížky, které bylo uprostřed opatřeno otvorem o průměru $\phi = 6$ mm. Na takto vyrobený polotovár ionizační mřížky bylo selektivně nanášeno tekuté plexisklo a vytvrzeno. Poté celá klec byla na jednotky sekund ponořena do roztoku kyseliny HCl a H₂O₂, které byly míchány v poměru 1:1. Tím došlo k odleptání a zeslabení materiálu tvořící mřížku v místech, kde nebylo nanášeno tekuté plexisklo (PMMA). Tímto postupem se nám podařilo získat



Obrázek 74: Fotografie leptané sítky užívané u turbomolekulárních vývěv (vlevo), detailní fotografie sítky (vpravo).

ionizační mřížku, která byla pevná a současně byla tvořena v oblasti trajektorie elektronů velmi tenkými drátky $t < 0,1$ mm. Ionizační klec byla očištěna od zbytků plexiskla v acetonu. Takto vytvořená ionizační klec umožnila s použitím jednoduchého přípravku přesné nastavení vzdálenosti od vlákna. Tím bylo výrazně sníženo riziko dotyku mřížky a vlákna. Odleptaná ionizační mřížka také méně pohlcovala extrahované elektrony.

6 Příprava vrstev GaN užitím iontově-atomárního zdroje

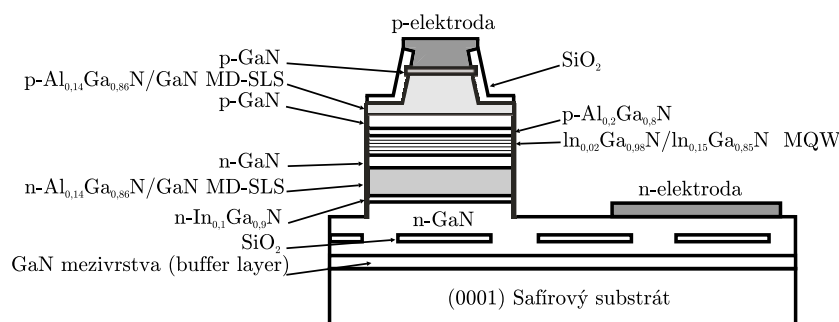
V předchozí kapitole byla popsána konstrukce iontově – atomárního zdroje. V následující kapitole bude diskutována příprava ultratenkých vrstev GaN pomocí tohoto zdroje. Budou zde popsány úpravy iontově – atomárního zdroje, které bylo nutno provést z důvodu efektivní přípravy těchto vrstev.

6.1 Vrstvy GaN

Počáteční pokusy o syntézu GaN byly provedeny Juzou a Hahnamem v roce 1938, kdy byl získán GaN ve formě malých jehliček. Depozice rozsáhlých oblastí GaN na safírový substrát se uskutečnila až v roce 1969 pomocí depoziční metody CVD (*Chemical Vapor Deposition*) [70]. Kvalita vrstev připravovaných v 70. letech byla velmi nízká. Výsledky optických a elektrických měření nebyly reprodukovatelné.

Růst kvalitnějších vrstev byl zahájen v roce 1983, kdy skupina kolem Yoshidy použila k růstu GaN mezivrstvu (buffer layer). Tímto způsobem byly vytvořeny kvalitní vrstvy GaN, které rostly na mezivrstvě AlN. Během následujících let byl GaN připravován převážně na mezivrstvách AlN, GaN, InN a jiných. Technologický pokrok v oboru MBE v polovině devadesátých let dvacátého století a současný růst znalostí a zkušeností s epitaxním růstem tenkých vrstev vedl k tomu, že mohla být uskutečněna stimulovaná emise za pokojové teploty.

Přibližně v této době Nakamura spolu s kolegy [71] vytvořil modrou a zelenou LED diodu takové kvality, která již dovozovala zahájení výroby pro komerční účely. Životnost těchto laserových diod dosahovala více než 1150 provozních hodin. Strukturní uspořádání jednotlivých vrstev takové laserové diody je zobrazeno na obrázku 75.



Obrázek 75: Uspořádání jednotlivých vrstev laserové diody vytvořené skupinou kolem S. Nakamury [71].

Jednou z obtíží při růstu vysoce kvalitních epitaxních vrstev GaN je vysoký výskyt dislokací. To je způsobeno především rozdílnými mřížkovými parametry mezi substrátem a nitridovou vrstvou, jako jsou například mřížková konstanta nebo koeficient teplotní roztažnosti. Značná část připravovaných nedopovaných vrstev GaN je n-typu, s vysokou koncentrací nosičů náboje $\sim 10^{16} \text{ cm}^{-3}$. Bylo prokázáno, že tato vodivost n-typu je způsobena výskytem dusíkových vakancí [72]. Tato skutečnost byla ještě nedávno jedním z hlavních problémů spojovaných s přípravou p – n přechodu.

6.1.1 GaN - základní fyzikální vlastnosti

Je mnoho oborů lidské činnosti, kde standardní polovodiče skupiny IV (například Si, Ge) nemohou být použity. V oblastech výroby barevných displejů, laserových tiskáren, výroby médií s vysokou

Vlastnosti GaN ve wurzitické formě	
Šířka pásu zakázaných energií	$E_g(300\text{ K}) = 3,39\text{ eV}$ $E_g(1,6\text{ K}) = 3,50\text{ eV}$
Mřížková konstanta ($T = 300\text{ K}$)	$a = 3,189\text{ Å}$ $c = 5,185\text{ Å}$
Koeficient teplotní roztažnosti ($T = 300\text{ K}$)	$\Delta a/a = 5,95 \cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$ $\Delta c/c = 3,17 \cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$
Objemová koncentrace atomů Ga	$N_{\text{Ga}} = 4,28 \cdot 10^{22}\text{ cm}^{-3}$
Povrchová koncentrace atomů Ga	$N_{\text{Ga}} = 1,1 \cdot 10^{15}\text{ cm}^{-2}$
Tloušťka monovrstvy	$2,95\text{ Å}$ (podél osy-c)
Teplotní vodivost	$\kappa = 1,3\text{ W.cm}^{-1}\text{K}$
Index lomu	$n(1,00\text{ eV}) = 2,33$ $n(3,38\text{ eV}) = 2,67$
Dielektrická konstanta	$\varepsilon_0 = 8,9$ $\varepsilon = 5,35$
Efektivní hmotnost elektronů	$m_e^* = (0,20 \pm 0,02)\text{ m}_0$
Efektivní hmotnost děr	$m_h^* = (0,8 \pm 0,2)\text{ m}_0$

Tabulka 8: Vybrané fyzikální vlastnosti GaN ve wurzitické formě, převzato z [76].

hustotou záznamu informací, případně v komunikaci ve vodním prostředí, jsou požadovány zářící členy s krátkou vlnovou délkou. Vysokoteplotní a vysokovýkonové tranzistory jsou užitečné při vývoji automobilových motorů, elektrických vozidel a letecké elektroniky. Křemík a běžné polovodiče skupiny III-V nejsou vhodné pro přípravu optoelektronických součástek v ultrafialové nebo modré části optického spektra z důvodu úzkého zakázaného pásu. Zakázané pásy nitridů skupiny III jsou přímé a široké, například hodnoty pro: InN 1,9 eV, GaN 3,4 eV, AlN 6,2 eV. Předností těchto nitridů je stabilita při vysokých teplotách (například hodnota energie mezi atomární vazby GaN je 2,3 eV). Zmíněné nitridy mají také dobrou tepelnou vodivost [73]. Tyto materiály mohou pracovat nejen při vyšší teplotě, ale také v agresivním prostředí [74, 75]. Základní fyzikální vlastnosti GaN jsou shrnuty v tabulce 8.

6.2 Metody přípravy GaN vrstev

Vesměs všechny uvedené úspěchy při přípravě GaN vrstev byly dosaženy metodou MOCVD (*Metal – Organic Chemical Vapor Deposition*), také nazývanou MOPVE (*Metalorganic Phase Vapor Epitaxy*). V porovnání s GaN vrstvami (strukturami) připravovanými pomocí metod PVD – MBE (*Physical Vapor Deposition*) nebyly zatím dosaženy vrstvy takové kvality.

Výhodou metod PVD – MBE může být skutečnost, že při přípravě vrstev GaN není nutno provádět postrůstový proces, jako například LEEBI (*Low Energy Electron Beam Irradiation*) nebo žíhání pro akceptorovou aktivaci [77]. Další nespornou výhodou MBE je možnost přesnější kontroly tloušťky vrstvy během depozice, což umožňuje tvorbu multivrstevnatých struktur. Například u metod MOCVD nelze použít pro kontrolu růstu vrstvy metodu RHEED (*Reflection High Energy Electron Diffraction*), protože tato metoda vyžaduje UHV podmínky. K měření tloušťky vrstvy

pomocí MOCVD nelze s úspěchem použít ani běžných laserových systémů určených k monitorování rychlosti růstu vrstvy, jelikož při tomto způsobu depozice dochází k nerovnoměrnému růstu po celém vzorku. Pozitivní vlastností přípravy GaN vrstev pomocí MBE je také nižší teplota substrátu $T < 1000 \text{ K}$ ⁶.

6.2.1 MOCVD

Jednou z hlavních metod používaných k přípravě nitridů prvků III skupiny (GaN, AlN, InN) je metoda MOCVD a její různé modifikace. Při této metodě dochází k chemické reakci sloučenin (prekursorů), například trimetylgallia (zdroj gallia) a čpavku (zdroj dusíku), přičemž vzniká GaN. Kvalitní vrstvy připravované metodou MOCVD jsou zpravidla deponovány ve dvou krocích. V prvním kroku je prováděn růst mezivrstvy (buffer layer) GaN nebo AlN za nízké teploty. Poté je v druhém kroku za vysoké teploty ($\approx 1320 \text{ K}$) nanášena hlavní epitaxní vrstva. Kvalita této epitaxní vrstvy silně závisí na struktuře mezivrstvy. Dvoustupňová metoda růstu GaN se již stala standardem a byla ještě doplněna připouštěním jiných plynů (H_2 , N_2) do reakce, což vedlo k výraznému zlepšení kvality vrstev [78]. Podrobnější studie metod přípravy GaN vrstev metodami CVD byla provedena v diplomové práci [79], která byla vypracována pod vedením autora této disertační práce.

6.2.2 PVD - MBE

Vývoji přípravy GaN vrstev pomocí metod PVD bylo věnováno o poznání méně pozornosti než přípravě GaN pomocí MOCVD. I přesto můžeme najít v literatuře značné množství studií růstu vrstev GaN pomocí metod PVD–MBE. Hlavními důvody tohoto úsilí je snaha:

- optimalizovat rychlost a teplotu růstu GaN vrstev,
- určit vliv různých dusíkových zdrojů na kvalitu GaN vrstev,
- stanovit vliv substrátu na kvalitu GaN vrstev,
- určit optimální podmínky (například proud a energii jednotlivých složek) nutné k růstu kvalitních GaN vrstev.

Zdroje dusíku pro růst GaN metodou PVD – MBE

Byly provedeny experimenty, kde pro růst GaN byly použity plynné zdroje (GSMBE – *Gas Source Molecule Beam Epitaxy*), využívající plyn čpavek NH_3 [80]. Rychlost růstu GaN vrstvy užitím takového zdroje byla ovlivněna teplotou substrátu. Tyto vrstvy začínaly růst od teploty vyšší než $T > 450 \text{ °C}$. Alternativně lze v takovémto zdroji použít plyn dimethylhydrazen ($\text{CH}_3)_2\text{NNH}_2$ (DMHy) [81]. Rozklad tohoto plynu je jednodušší než rozložení čpavku, nicméně zde dochází k nežádoucí kontaminaci vrstev atomy uhlíku.

Problém s vyšší teplotou substrátu potřebnou k rozložení uvedených plynů lze odstranit růstem GaN vrstev ve vysokofrekvenčně ($2,45 \text{ GHz}$) buzeném plazmatickém výboji (*RF plasma source*). Takto jsou v komoře získávány částice dusíku N_2 , N_2^+ a N , kde energie těchto částic je vysoká a značně ovlivňuje kvalitu deponované vrstvy.

Jako zdroj iontů dusíku N_2^+ lze použít iontový zdroj například Kaufmanova typu, kterým je možno získat ionty o nízké energii ($E > 30 \text{ eV}$).

K realizaci růstu GaN lze použít i elektricky neutrální svazky atomů dusíku, které jsou získávány disociačním vysokofrekvenčním atomárním zdrojem. Molekulární dusík N_2 je disociován

⁶Teplota je různá pro různé metody řadí se do skupiny PVD metod.

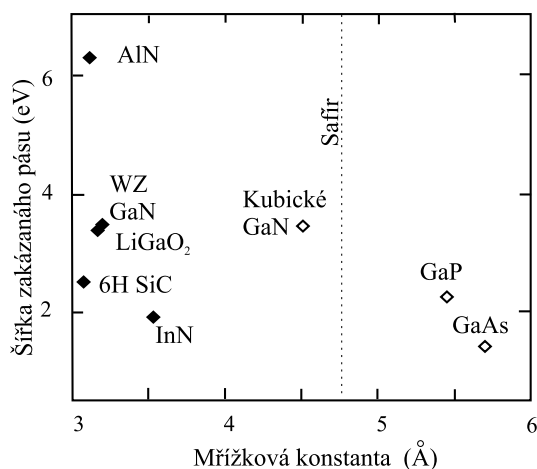
vysokofrekvenčním elektromagnetickým polem (13,56 MHz) v plazmatickém výboji. Takto vzniklé atomy dusíku proudí efuzním tokem na substrát [82].

Zdroje prvků skupiny III pro růst GaN metodou PVD– MBE.

Tok prvků skupiny III je uskutečňován žhavením efuzní cely, která je zdrojem neutrálních částic s termální energií (0,1 - 1 eV).

6.3 Substráty užívané k růstu nitridů skupiny III

Jedním ze základních problémů při růstu GaN vrstev je nalezení vhodného substrátu. Významnou roli zde hraje rozdíl mřížkových konstant mezi substrátem a GaN vrstvou. Tento rozdíl by měl být pro růst epitaxních vrstev co nejmenší. Velikosti mřížkových konstant a šířky zakázaného pásu příbuzných materiálů GaN jsou shrnuty na obrázku 76. Dalším významným faktorem při hledání vhodného substrátu je také jeho cena a dostupnost.



Obrázek 76: Šířka zakázaného pásu a mřížkové konstanty GaN a příbuzných materiálů [83].

6.3.1 Safír

Safírový substrát je asi nejpopulárnějším substrátem k růstu GaN vrstev [84]. Vysoce kvalitní krystaly safíru jsou snadno dosažitelné a relativně levné. Jsou průhledné, teplotně stabilní a technologie růstu GaN na safíru je již rozvinutá. Rozdíl mřížkových konstant mezi GaN a safírem je asi 15 %.

6.3.2 6H SiC

Mnoho prací se také zabývalo růstem nitridů na SiC [84, 85, 86, 87]. Jeho hlavní výhodou v porovnání se safírem je nižší rozdíl mřížkových konstant pro (GaN je jen 3,5 %, viz obrázek 76). Substráty SiC jsou v dostatečné kvalitě běžně dostupné.

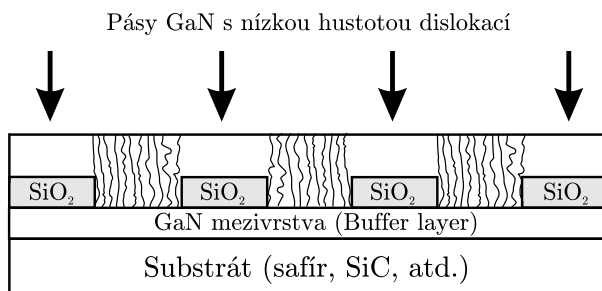
6.3.3 Si – křemík

Křemík je jedním z nejpopulárnějších materiálů v mikroelektronice. Není tedy divu, že byla a je snaha o integraci LED a laserových diod uvedených nitridů s tímto substrátem [88, 89]. Obecně se na křemík nechá narůst 30 nm tlustá mezivrstva GaN před samotným epitaxním růstem GaN

určeným k optoelektronickým účelům. Při růstu přímo na Si(100) převládá kubická forma GaN. Epitaxní vrstva obsahuje velké množství defektů (dislokací). U růstu na Si(111) převládá forma wurtzitická obsahující ojediněle kubickou formu.

6.3.4 ELOG substrát

Výsledky růstu GaN na safírový nebo SiC substrát ukazují, že GaN převážně roste ve formě malých hexagonálních sloupcových zrn [91]. To je jeden z důvodů vysoké hustoty dislokací v GaN vrstvách ($10^9 - 10^{10} \text{ cm}^{-2}$). Z tohoto důvodu se některé skupiny pokoušely růst tyto vrstvy na tzv. ELOG (*Epitaxial – Lateral – Overgrowth*) substrát. Jedná se o běžný substrát, na kterém jsou na povrchu zhotoveny standardními fotolitografickými metodami SiO_2 pásy. Schematické znázornění přípravy GaN na ELOG substrátu je na obrázku 77. Tímto způsobem byly získány pásy GaN o nízké hustotě dislokací [71, 90].



Obrázek 77: Schéma ELOG procesu růstu GaN. Na mezivrstvu GaN (*buffer layer*) s vysokou hustotou dislokací ($\sim 10^{10} \text{ dislokací.cm}^{-2}$) jsou litograficky připraveny pásy SiO_2 . V průběhu růstového procesu přerůstá GaN nad SiO_2 pásy, čímž dochází k silné redukci dislokací v rostoucí vrstvě [91].

6.3.5 Ostatní substráty

Při hledání vhodných materiálů, jež by sloužily jako podklad pro růst nitridů III. skupiny, byly užity další rozličné substráty (například GaAs, MgAl_2O_4 , sklo, křemíkové sklo, ZnO a další). Dobrých výsledků bylo například dosaženo při přípravě GaN na ZnO substrátech [92].

6.4 Růst tenkých vrstev s využitím iontových svazků

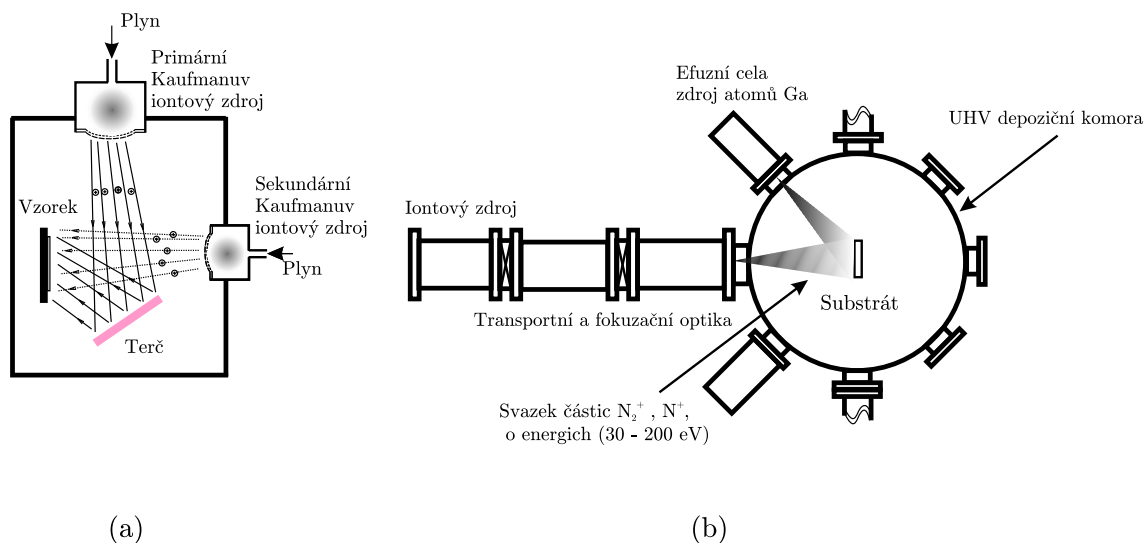
S modifikací vlastností kovů a polovodičů iontovými svazky se začalo v polovině sedmdesátých let dvacátého století. Iontové svazky byly převážně užívány pro implantaci při tzv. dopování polovodičových materiálů. Implantací se rozumí obohacení kovového či polovodičového materiálu jiným prvkem. Tento prvek je pomocí energického iontového svazku (1 keV až 1 MeV) dodáván do materiálu.

Depozici využívající iontové svazky můžeme označit takovou technikou tvorby tenkých vrstev, která je kombinací napařování (naprašování) s iontovým svazkem. K těmto účelům se nejčastěji používají nízkoenergiové iontové svazky o energiích v rozsahu (10 – 1000 eV), při kterých ještě nedochází k významnému poškození povrchu. Iontové svazky mohou být při růstu vrstev využity následujícími způsoby:

- materiál nanášené vrstvy je všechen dodáván z iontového zdroje ve formě iontových svazků,
- materiál vrstvy může být napařován a současně bombardován ionty vzácných plynů například Ar^+ z odděleného iontového zdroje,
- jedna komponenta deponované sloučeniny může být napařována a jiná dodávána z iontového svazku,
- reakční prvek může být na povrch dodáván ze zbytkové atmosféry a samotná depozice inicializována iontovým svazkem.

Mnoho základních efektů při depozici tenkých vrstev spojených s dopadem energiových iontů na substrát je známo z provádění depozice v plazmatu. Metody využívající iontové svazky k depozici poskytují prostředky pro nezávislou kontrolu jednotlivých proměnných parametrů vstupujících do procesu růstu vrstvy. Sledované parametry při depozici ionty mohou být například intenzita svazku, směr dopadu iontů na substrát, energie jednotlivých částic a další.

V laboratořích na Ústavu fyzikálního inženýrství v Brně byly již realizovány dva způsoby růstu ultratenkých vrstev využívajících iontových svazků. Jedním způsobem je metoda IBAD (*Ion Beam Assisted Deposition*). Při této depoziční metodě je nanášený materiál odprašován pomocí energetického iontového svazku (100 – 1000 eV) z terče na substrát vzorku. Toto zařízení umístěné v komoře ve vysokém vakuu (HV) umožňuje současně bombardovat rostoucí vrstvu dalším provádět depozici přímým iontovým svazkem (IBAD). Tvorba iontů je realizována pomocí dvou nezávislých iontových zdrojů Kaufmanova typu. Uspořádání zdrojů ve vakuové komoře je schematicky zobrazeno na obrázku 78 (a).



Obrázek 78: Schematické znázornění: (a) metody IBAD, realizované pomocí dvou Kaufmanových iontových zdrojů, (b) metody IBAAD realizovaná pomocí iontového svazkového zdroje a efuzní cely.

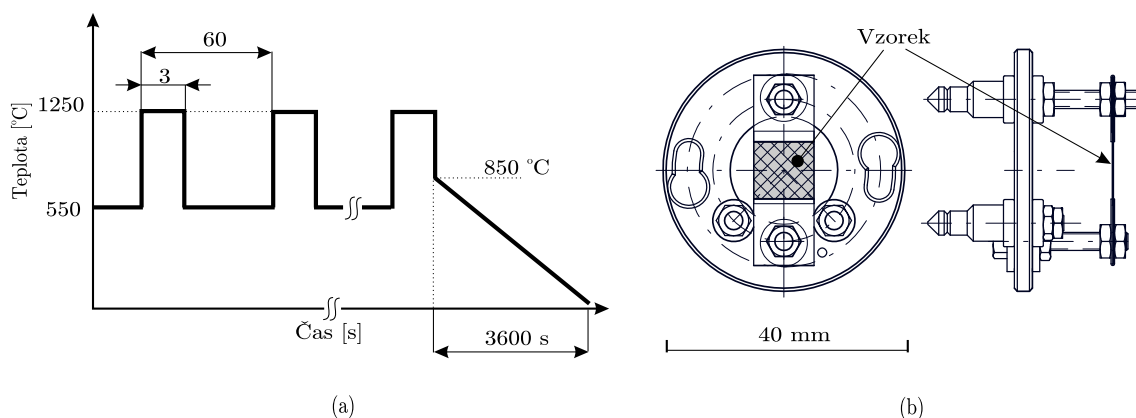
Druhou metodou přípravy ultratenkých vrstev pomocí iontových svazků je přímá depozice iontovým svazkem IBAAD (*Ion Beam Assisted Atomic Deposition*). V tomto případě je jedna složka materiálu dodávána na substrát ve formě nízkoenergiových iontů (10 – 200 eV) a současně je napařován jiný materiál z efuzní cely (obrázek 78 (b)). Zkušenosti s přípravou GaN vrstev připravených tímto způsobem byly využity při přípravě vrstev popsaných v této kapitole.

6.5 Depozice GaN – uspořádání experimentu

K přípravě GaN ultratenkých vrstev iontově–atomárním zdrojem (kapitola 5) byla užita UHV aparatura, která je vybavena mimo jiné efuzní celou (zdroj Ga), iontovým zdrojem, termálním disociačním zdrojem (zdroj atomů vodíku), napařovací celou (zdroj Ge) a iontově–atomárním zdrojem. Tato UHV komora byla čerpána turbomolekulární vývěvou na magnetických ložiscích od firmy Leybold, pomocí níž byl dosahován mezní tlak $p_B = 2 \cdot 10^{-7}$ Pa. Iontově–atomární zdroj byl nainstalován pod úhlem 33° od svislé osy komory.

6.5.1 Příprava substrátu Si(111) 7×7

Růst GaN s užitím iontově–atomárních svazků byl uskutečňován na povrch substrátu Si(111) 7×7 , který byl dopován fosforem (od firmy ON Semiconductor). Příprava povrchu se zmíněnou rekonstrukcí byla prováděna v podmínkách UHV ($p < 10^{-7}$ Pa). Vyříznutím z křemíkové desky (waferu) Si(111) byl připraven vzorek o rozměrech $10 \times 15 \text{ mm}^2$. Tento vzorek byl umístěn na manipulační paletku (viz obrázek 79 (b)), která umožňovala spolu s transportním systémem uvnitř aparatury přesun vzorku mezi jednotlivými částmi aparatury, aniž by bylo porušeno vakuové prostředí. Před vložením vzorku do aparatury byl povrch substrátu vystaven proudu hélia (odstranění případných mikroskopických uhlíkových nečistot) a založen do základací komory.

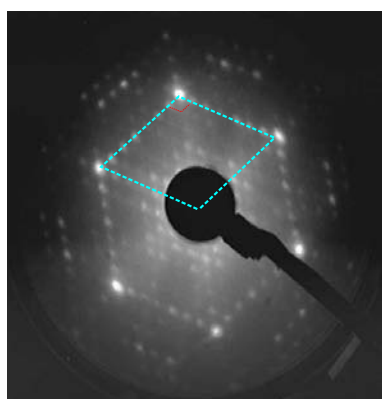


Obrázek 79: (a) Průběh teploty při přípravě povrchu Si(111) 7×7 pomocí flešování, (b) transportní paletka vzorků umožňující ohřev vzorku průchodem elektrického proudu.

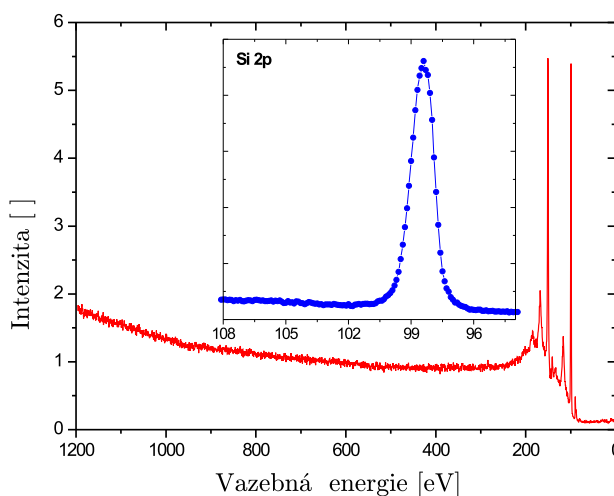
Konstrukce transportní paletky umožňuje ohřev vodivých vzorků průchodem elektrického proudu. Tímto způsobem bylo v aparatuře zajištěno teplotní čištění vzorku, které se sestávalo z žíhání při teplotě 550°C (teplota vzorku byla měřena pomocí optického pyrometru při nastavené emisivitě 0,7) a „flešování“⁷. Toto žíhání bylo prováděno po dobu cca 12 hodin, kdy přírodní SiO_2 zůstával stabilní, zatímco docházelo k desorpci nečistot (H_2O , C, CO_2 a OH skupiny). Poté byl vzorek opakovaně vystaven vysoké teplotě ($T > 1200^\circ\text{C}$), dokud součet času na dané vysoké teplotě nepřesáhl alespoň 1 minutu. Při tomto procesu vlivem vysoké teploty se rozkládá SiO_2 a dochází k uspořádání povrchové rekonstrukce 7×7 . Průběh teploty při procesu flešování je schematicky znázorněn na obrázku 79 (a). Ohřev, jenž byl uskutečňován průchodem elektrického proudu, byl řízen pomocí PC a tím byla zajištěna opakovatelnost přípravy vzorku.

Čistota a povrchová rekonstrukce byla ověřena pomocí analytických metod LEED (*Low – Energy Electron Diffraction*) a XPS (*X – Ray Photon Spectroscopy*). Metoda LEED je povrchově citlivá

⁷Převzato z anglického slova flashing – teplotní čištění vzorku pomocí periodického ohřevu a ochlazování.



(a)



(b)

Obrázek 80: Analýza vzorku po flešování: (a) obraz reciproké mřížky monokrystalu Si(111) 7×7 změřený metodou LEED, (b) XPS spektrum Si(111) 7×7 získané po procesu flešování.

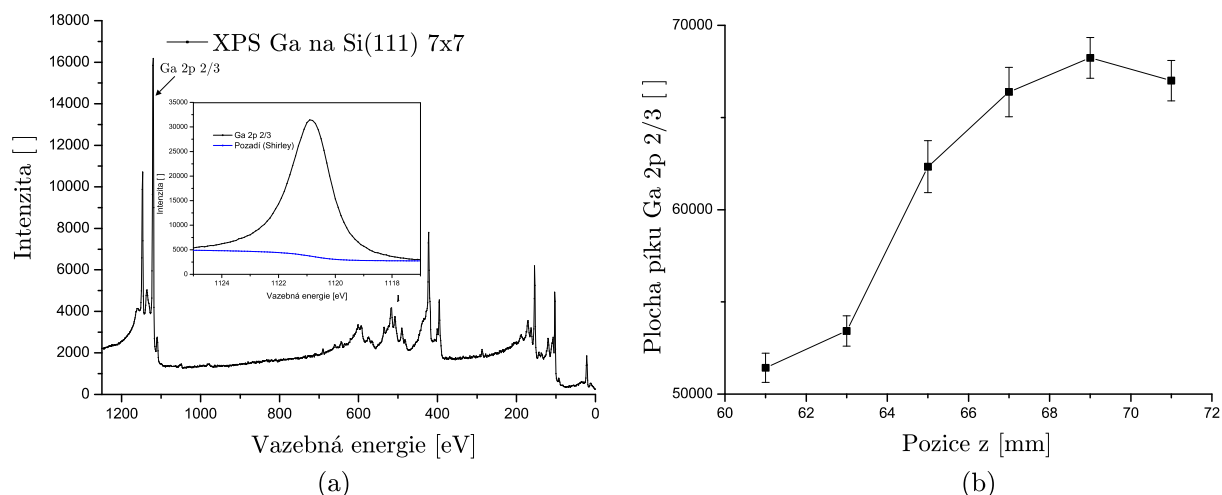
metoda, která nám vypovídá o krystalové struktuře a rekonstrukci daného povrchu. Na obrázku 80 (a) je zobrazen difrakční obrazec, který byl běžně dosahován procesem flešování. Šest nejintenzivnějších difrakčních stop na obrázku představuje reciproký obraz objemové mřížky substrátu a na spojnici mezi těmito stopami lze pozorovat šest méně intenzivních difrakčních stop. Tyto méně jasné stopy jsou charakteristické pro uspořádání atomů na povrchu křemíkového krystalu Si(111) s rekonstrukcí 7×7 .

Čistota povrchu vzorku byla analyzována metodou XPS. Jedná se o povrchově citlivou metodu (max. hloubka ~ 5 nm), která poskytuje cenné informace o chemickém složení povrchu. Na obrázku 80 (b) je zobrazeno spektrum námi připraveného povrch Si(111) 7×7 , kde na energiích odpovídajících fotoelektronům uhlíku (289 eV) a kyslíku (539 eV) není zaznamenána přítomnost těchto prvků.

6.6 Příprava Ga a GaN vrstev na povrch Si(111) 7×7 pro $E = 100$ eV

Při provádění depozic Ga a GaN, které byly součástí ověření funkčnosti zdroje v testovací komoře (viz odstavec 5.7.1) nebylo možno provádět analýzy vrstev, aniž by nebyly vystaveny atmosféře. Působení atmosféry způsobovalo oxidaci a značné znečištění povrchu připraveného vzorku, což komplikovalo analýzu připravených ultratenkých vrstev. Z těchto důvodů jsme se rozhodli instalovat iontově-atomární zdroj do komplexu UHV aparatur nacházející se na Ústavu fyzikálního inženýrství do části „depoziční komora I.“, jak bylo označeno na obrázku 24. Za tímto účelem byla provedena výměna spodního víka této komory, které bylo opatřeno třemi šikmými přírubami DN 40. Tyto příruby byly přivařeny pod úhlem 33° od vertikální osy víka.

Všechny depozice popsané v této kapitole byly prováděny na substrát Si(111) 7×7 , příprava substrátů byla podrobně popsána v odstavci 6.5.1. První byla nanášena tenká vrstva gallia za pokojové teploty a ta byla následně analyzována metodou XPS, viz obrázek 81 (a).



Obrázek 81: Depozice Ga na Si(111) 7×7, (a) XPS přehledové spektrum s vybraným Ga 2p_{3/2} píkem, (b) profil Ga svazku měřený z plochy 2p_{3/2} píku.

Pro různé polohy vzorku byl proměřen detail XPS spektra, který zahrnoval pík Ga 2p_{3/2}. Z ploch⁸ těchto píků byl sestaven profil tloušťky gallia na vzorku, tudíž i profil svazku vystupujícího ze zdroje, který je zobrazen na obrázku 81 (b).

Depozici GaN vrstev provázal problém s nastavením poměru iontů dusíku ku neutrálním atomům gallia, protože zdroj nebyl vybaven sondou snímající tok nabitých částic ze zdroje (fluxmetr). Svazek atomů Ga vystupujících z iontově – atomárního zdroje obsahuje určité procento nabitých částic, které je úměrné toku neutrálních částic Ga. Z těchto důvodů byl tok částic nastavován pomocí testovacího vzorku, na kterém byl měřen iontový proud I_T mezi tímto vzorkem a zemí pomocí citlivého pikoampérmetru. Po nastavení a ustálení toku iontů Ga^+ byl do vnitřní části zdroje napouštěn molekulární dusík až tlak v depoziční komoře dosáhl hodnoty $p_{\text{N}_2} = 1 \cdot 10^{-5}$ Pa. Přítomnost dusíku ve vnitřním prostoru iontově – atomárního zdroje způsobovala nárůst počtu elektronů dopadajících na kalíšek a ionizační mřížku. O tento nárůst elektronů musel být opraven i výkon ohřívající kalíšek (snížením žhavicího proudu vláknem). Nárůst proudu elektronů se pohyboval v jednotkách mA a byl zapříčiněn převážně vyražením sekundárních elektronů vzniklých po dopadu iontů na vnitřní části zdroje.

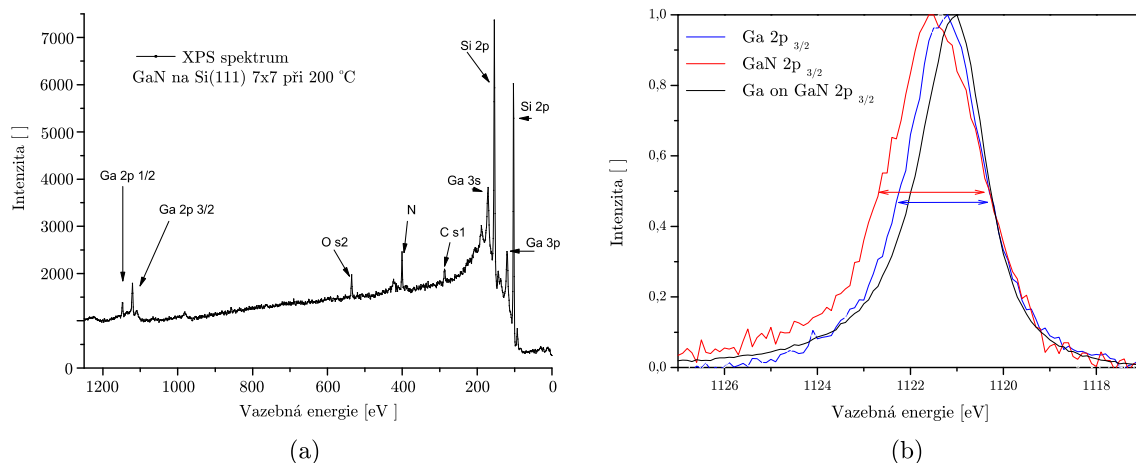
Po nastavení depozičních parametrů byl vzorek vystaven iontově–atomárnímu svazku po dobu $t = 30$ minut. Proud iontů N_2^+ o energii $E = 100$ eV dopadající na vzorek po napuštění dusíku byl $I_T = 800$ nA. Takto připravené ultratenké vrstvy byly analyzovány metodou XPS, jehož typický výsledek je zobrazen na obrázku 82 (a). Ve spektru se nalézají jak pík Ga 2p (1122 eV), tak i pík N 1s (400 eV).

Vazba atomů dusíku s Ga se projeví změnou vazební energie elektronu a v XPS spektrech dojde k posunu Ga 2p_{3/2} píku směrem k vyšším vazebným energiím, respektive k nižší kinetické energii vystupujících fotoelektronů.

Z porovnání ultratenké Ga vrstvy (modrá čára) s GaN vrstvou (červená čára) je patrný posuv píku a rozdíl v šířce píků, jak je naznačeno na obrázku 82 (b). Posuv píku není výrazný, jelikož se jednalo o velmi malé pokrytí (cca desetiny monovrstvy⁹), při kterém dochází k posuvu píku

⁸Pozadí při zjišťování plochy píku bylo nahrazeno Shirleyho funkcí.

⁹Pokrytí bylo odhadováno porovnáním XPS spekter ze vzorku připravených nakalibrovanou efuzní celou (komerční zařízení).



Obrázek 82: (a) Měřené XPS spektrum GaN deponované za teploty 200 °C, (b) porovnání Ga 2p_{2/3} píku.

vlivem zakřivení pásů na rozhraní polovodič (Si) kov (Ga). Tento posuv může být na rozhraní Si a Ga až 0,7 eV [93]. Přideponováním 1 monovrstvy Ga z efuzní cely na námi připravený GaN došlo k jeho úplnému překrytí (černá čára) a posuvu maxima píku na pozici Ga (1120,7 eV). Změna šířky a asymetrie může poukazovat na přítomnost dvou vazeb Ga-N a Ga-Ga. Námi měřený pík GaN (červená čára) nejeví ani asymetrii, která je typická pro kovy¹⁰. Z důvodů těchto posuvů, které závisely na tloušťce ultratenké vrstvy, bylo velmi obtížné provést dekompozici píku pomocí fitování. Z tvaru píku a jeho změn lze jen odhadovat přítomnost GaN.

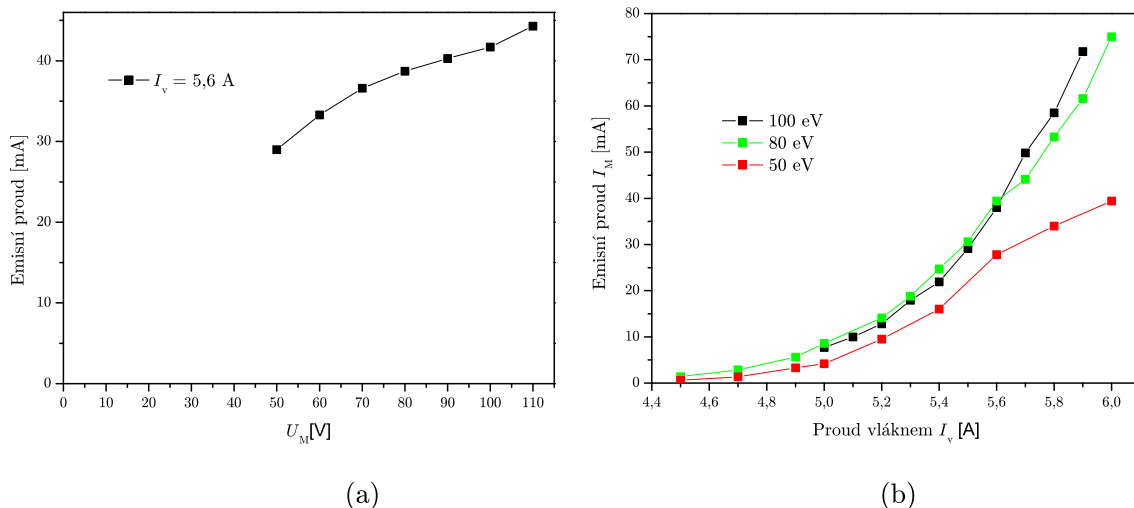
Nízké pokrytí vzorku bylo způsobeno převládajícím procesem odprašování gallia ionty o energii $E = 100$ eV. Z těchto důvodů bylo rozhodnuto provést depozici za nižší energie asistujících dopadajících iontů.

6.7 Depozice Ga a GaN vrstev na povrch Si(111) 7×7 pro $E < 100$ eV

Energie dopadajících iontů je dána rozdílem potenciálu nastavených mezi ionizační mřížkou a vzorkem. Snížením napětí na ionizační mřížce, které určuje energii iontů, dochází také ke snížení proudu elektronů emitovaných z vlákna (viz obrázek 83 (a)), což má negativní vliv na proud dopadajících elektronů na kalíšek i na snížení celkového iontového proudu. Vliv žhavení vlákna na emisní proud pro tři různá napětí mřížky (energie iontů 100, 80, 50 eV) je zobrazen na obrázku 83 (b). Z měření je patrný pokles tepelně emitovaných elektronů dopadajících na ionizační mřížku téměř o 50 %. Snížením elektrického napětí na mřížce se také mění energie elektronů ve vnitřním prostoru ionizační mřížky, tudíž dochází ke snížení ionizační účinnosti.

Jinou možností získání iontů o nižší energii je možnost snížení potenciálu vlákna vůči zemi (zapojení obvodu vlákna s plovoucí zemí) při zachování konstantního rozdílu potenciálů mezi vláknem a ionizační mřížkou. K tomuto účelu byl sestaven přenosný oddělovací transformátor, který odděloval napájecí zdroj vlákna od zemního potenciálu. Zapojení zdroje s oddělovacím transformátorem (plovoucí zemí) je schematicky znázorněno na obrázku 84 (a). Pro zmíněné zapojení byla měřena závislost emisního proudu elektronů z vlákna na potenciálu plovoucí země U_{PL} , který je zobrazen

¹⁰Tato asymetrie je způsobena vícečásticovým procesem, kdy se při emisi fotoelektronů jsou excitovány elektrony v okolí Fermiho meze. O energii potřebnou k excitaci (pravděpodobnost klesá s její velikostí) se sníží kinetická energie fotoelektronu, což se projeví asymetrií na „levé“ straně (strana vyšších vazebných energií) píku.



Obrázek 83: (a) Vliv napětí mřížky U_M na emisní proud při konstantním žhavení vlákna, (b) vliv proudu vláknem na emisní proud elektronů pro tři různá napětí mřížky (energie iontů 100, 80, 50 eV).

na obrázku 84 (b). Při měření byl potenciál mřížky přenastavován tak, aby byl zachován rozdíl potenciálů mezi ionizační mřížkou a vláknem $U_\Delta = 100$ V. Z výsledku je patrný pokles termoemisního proudu elektronů vylétávajících do prostoru ionizační mřížky (proud mřížkou I_M). Tento pokles byl způsoben změnou trajektorie elektronů směrem ke stěně komory zdroje, která byla na potenciálu země. Z důvodu snížení potenciálu katody (vlákna) elektrony emitované termoemisí „vidí“ stěny komory zdroje jako kladnou elektrodu.

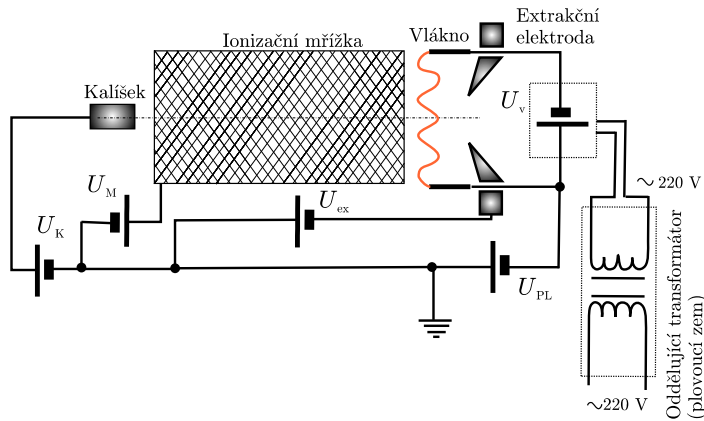
Tato situace byla simulována v programu EOD (*Electron Optical Design*) [62], kde výsledné trajektorie elektronů jsou zobrazeny na obrázku 85 (a). Pro zamezení ztrát elektronů dopadajících na stěny zdroje byla navržena stínící elektroda. Tato elektroda byla umístěna okolo wolframového vlákna a měla odstínit elektrostatické pole od okolních stěn. Z konstrukčních důvodů (nedostatek místa pro přívod napětí do vnitřní části iontové – atomárního zdroje) musela být tato stínící elektroda umístěna na elektrický potenciál vlákna, tudíž přichycena k jedné průchodce. Výsledky simulací vlivu námi navržené elektrody na trajektorii emitovaných elektronů lze pozorovat na obrázku 85 (b). Konstrukce stínící elektrody a její uchycení je zobrazeno na obrázku 86 (a) spolu s fotografií víčka (b). Realizaci tohoto provedení průchodek lze obejít složitý proces vákuového pájení průchodek do měděného víčka, který byl užít dříve.

Stínící elektroda byla uchycena pomocí matic na závitové tyči M2, která spolu s keramickou podložkou sloužila jako průchodka pro přívod elektrického proudu (napětí) přes víčko zdroje.

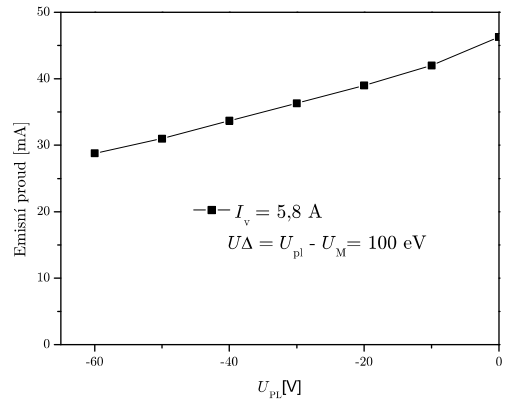
Účinnost stínící elektrody byla ověřena měřením závislosti proudu termoemisních elektronů (detekovaných na ionizační mřížce I_M) na žhavení vlákna, tudíž na proudu I_v procházejícím tímto vláknem.

Proud termoemisních elektronů v závislosti na energii iontů před (černá čára) a po instalaci (červená čára) stínící elektrody je znázorněn na obrázku 87. Z porovnání obou závislostí vyplývá skutečnost, že nedochází téměř k žádným ztrátám emisního proudu elektronů.

Tyto úpravy umožnily provádět depozici při energiích iontů menších než $E < 100$ eV. Rozložení energií iontů (energieová spektra) ve svazku měřené brzdným polem Faradayovy sondy pro různé potenciály mřížky $U_M = 30 \div 100$ V je zobrazeno na obrázku 88. Měření bylo uskutečněno obdobným způsobem jak je popsáno v části 5.7.2. Nastavení konstantních parametrů zdroje během tohoto



(a)



(b)

Obrázek 84: (a) Schéma zapojení iontově – atomárního zdroje s oddělujícím transformátorem (plovoucí zemí), vliv potenciálu plovoucí země na emisní proud elektronů dopadajících na ionizační mřížku.

č. vzorku	t_{dep} [h]	P_K [W]	U_M [V]	I_T [nA]
1.	0,5	12,71	40	288
2.	0,5	12,83	40	470
3.	0,5	13,39	40	450
4.	1,5	12,44	40	450
5.	1,5	11,85	40	450
6.	0,5	12,75	60	765
7.	0,5	12,81	60	750
8.	0,5	14,32	60	721

Tabulka 9: Základní depoziční parametry připravovaných GaN vrstev na Si(111) 7×7 substrát, kde P_K je výkon dopadajících elektronů na kalíšek, U_M je napětí na ionizační mřížce a I_T je iontový proud dopadající na vzorek.

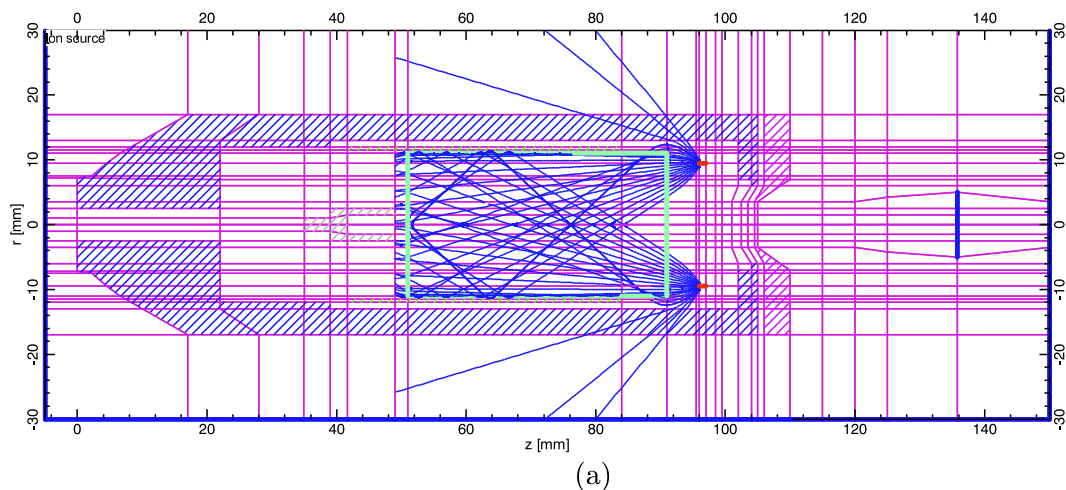
měření bylo: $U_K = 400$ V, $I_v = 5,8$ A, $U_{\text{ex}} = -800$ V, $p_{N_2} = 2 \cdot 10^{-4}$ Pa.

Z důvodů stabilizace vypařování neutrálních atomů Ga byl Mo kalíšek opatřen keramickou vložkou. Tato keramická vložka byla vyrobena z chemicky nereaktivního a vysokoteplotně odolného pyrolitického nitridu bóru (PBN). Při napařování Ga z PBN kalíšku nedochází k vztlínání materiálu po povrchu jak je typické pro Mo kalíšek, tudíž není nutno během depozice měnit (zvyšovat) ohřev kalíšku.

Po provedení a otestování výše zmíněných úprav umožňující provádět depozici GaN vrstev při nižší energii iontů dusíku ($E < 100$ eV) bylo provedena série depozic. Příprava těchto vrstev byla součástí diplomové práce Mgr. Tomáše Šamořila pod vedením autora této disertační práce [79]. Celkem bylo připraveno 8 vzorků na substrát Si(111) 7×7 . Parametry (t_{dep} - doba depozice, I_T proud vzorkem) nastavení iontově-atomárního zdroje při jednotlivých depozicích jsou uvedeny v tabulce 9, kdy proud vláknem $I_v = 5,7$ A a napětí na kalíšku $U_K = 2000$ V byly konstantní.

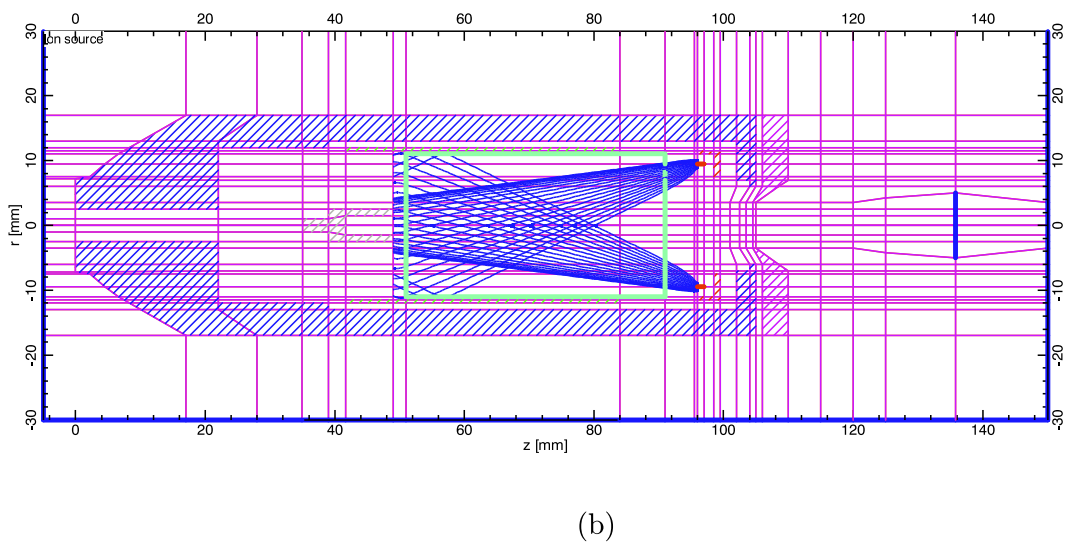
Během příprav vzorků byla snaha získat vhodný poměr atomů Ga ku iontům dusíku N^+ pro růst GaN vrstev.

Trajektorie elektronů při plovoucí zemi bez stínící elektrodou

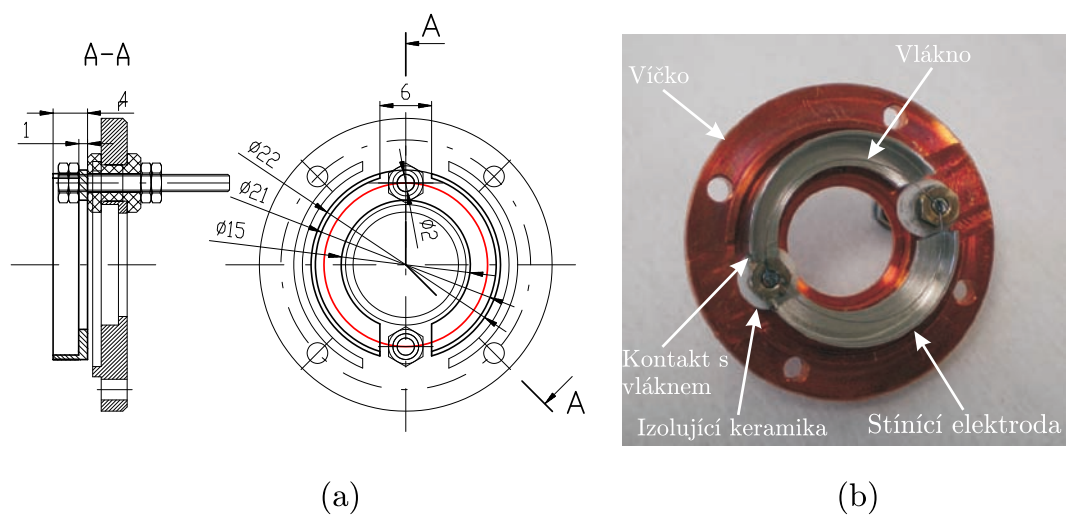


Napětí na elektrodách: 0.000000 V Komora 0.000000 V Stínění -100.0000 V Extrakce
2000.0000 V Kalíšek 50.000000 V Mřížka -50.00000 V Vlákno

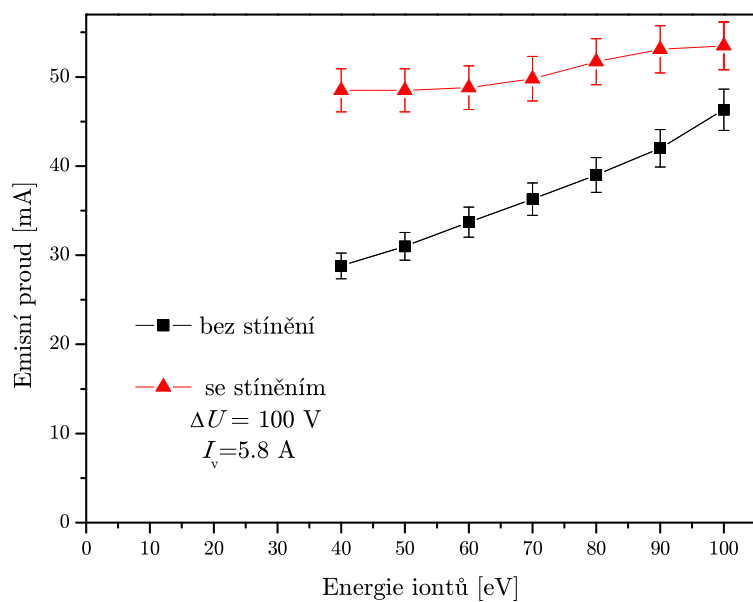
Trajektorie elektronů při plovoucí zemi se stínící elektrodou



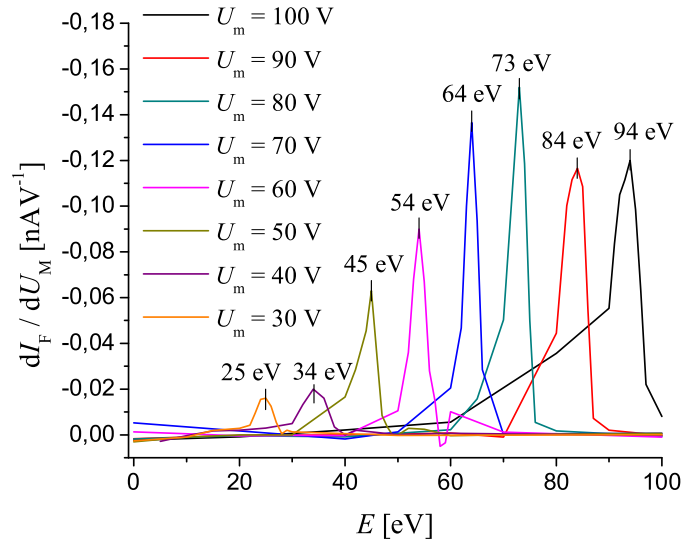
Obrázek 85: Výpočet trajektorie elektronů ve vnitřní části iontově – atomárního zdroje s použitím plovoucí země: (a) bez stínící elektrody a (b) se stínící elektrodou. Simulace byla provedena pomocí programu EOD [62].



Obrázek 86: (a) Nákres a (b) fotografie stínící elektrody a její umístění na víčku iontově-atomárního zdroje.



Obrázek 87: Vliv energie iontů (napětí mřížky) na emisní proud elektronů při zapojené plovoucí zemi se stíněním a bez stínění.



Obrázek 88: Rozložení energie iontů dusíku pro energie v rozsahu $E = 30 - 100$ eV, převzato z [79].

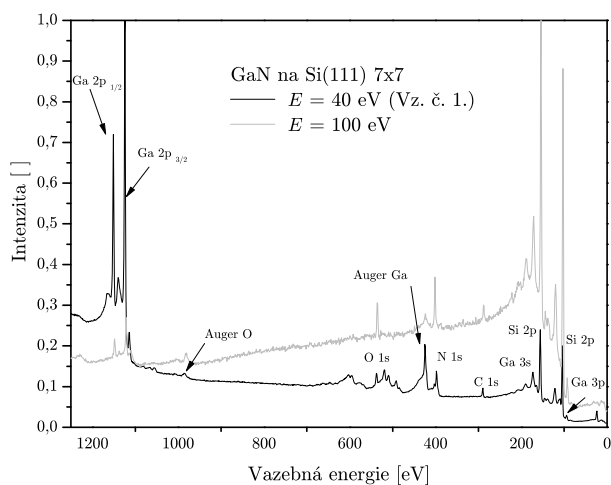
Připravené vrstvy byly analyzovány metodou XPS, při které vzorek svíral s osou analyzátoru úhel $\varphi = 40^\circ$. Měření bylo prováděno s použitím hliníkové anody. Ukázka typického měřeného XPS spektra námi připravené vrstvy je zobrazena na obrázku 89 (a). Porovnáním poměrů velikostí píků Ga $2p_{3/2}$ ku Si $2p$ při depozičních s energií iontů dusíku $E = 100$ eV (šedá čára) a $E = 40$ eV (černá čára) bylo potvrzeno potlačení nežádoucího odprašování GaN vrstev. Píky Ga $2p_{3/2}$ připravených vrstev byly porovnávány s tvarem Ga $2p_{3/2}$ píku, který byl změřen na ultratenké Ga vrstvě (2 monovrstvy) připravené efuzní celou (komerční zařízení). Pro úplnost uvádíme na obrázku 89 (b) typický příklad morfologie připravovaných ultratenkých vrstev. Tato morfologie byla pro každý vzorek měřena pomocí mikroskopie atomárních sil (AFM - *Atomic Force Microscopy*). Měření bylo prováděno v kontaktním módu užitím AFM mikroskopu od firmy Veeco, kdy pro skenování byl užit křemíkový hrot CGS 10 od firmy NT-MDT.

Detailní analýza přítomných chemických vazeb Ga-Ga a Ga-N byla prováděna dekompozicí námi připraveného Ga píku $2p_{3/2}$ program Unifit [94]. Proces fitování vycházel z tvaru samotného galiového píku s vazbou Ga-Ga (1120,7 eV), který byl znám z předchozích měření prováděných na vrstvách Ga. Tvar a posuv píku vzniklého vlivem vazby Ga-N byl odhadován z měření prováděných dříve užitím iontového děla (viz část 6.4) a z výsledků měření GaN ostrůvků připravených postnitridací (zmíněných níže). Fitovací parametry použité při dekompozici píku Ga $2p_{3/2}$ jednotlivých vazeb jsou uvedeny v tabulce 10¹¹.

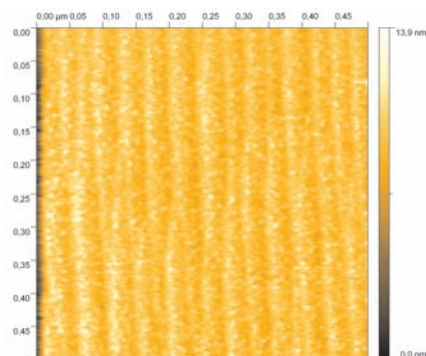
Ukázka fitování píku Ga $2p_{3/2}$, které bylo provedeno v programu Unifit je zobrazeno na obrázku 90. Z výsledků zjištěných fitování Ga $2p_{3/2}$ píku, které jsou zobrazeny v tabulce 11, bylo evidentní relativně malé procento zastoupení vazeb Ga-N (nejlepší výsledek 15,1 %) ve vrstvě. Z experimentů vyplynula skutečnost, že nízké procento vazeb Ga-N mohlo být zapříčiněno nízkou hustotou iontového proudu dusíku dopadající na vzorek.

Tento závěr byl podpořen i experimentem, kdy byly na povrchu Si(111) 7×7 připraveny za teploty substrátu $T = 300$ °C ostrůvky Ga. Takto připravený vzorek Ga ostrůvků byl vystaven

¹¹Hodnoty v sloupci Ga-N jsou zadány relativně k hodnotám ve vedlejším sloupci Ga-Ga.



(a)



(b)

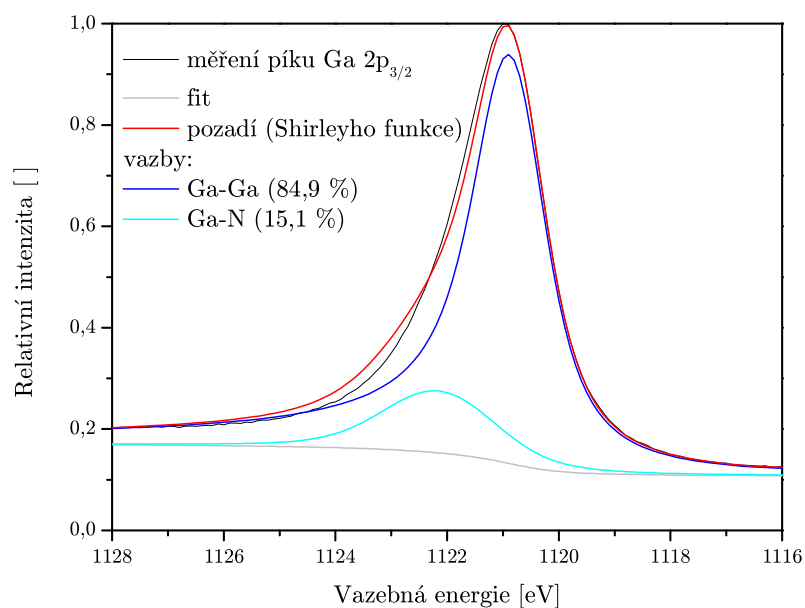
Obrázek 89: GaN vrstva na Si(111) 7×7 (a) měření metodou XPS, (b) morfologie povrchu vrstvy (vzorek číslo 1).

Parametr	Ga-Ga	Ga-N
Gaussova šířka [eV]	0,79	2,4
Energie [eV]	1120,7	1,33
Lorenzova šířka [eV]	1,07	0,8
Asymetrie	0,089	0

Tabulka 10: Užité parametry při fitování jednotlivých vazeb Ga-Ga a Ga-N píku Ga 2p_{3/2}.

Vazba / č. vz.	1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.
Ga-N [%]	7,3	14,0	–	15,1	10,4	7,3	9,2	10,0
Ga-Ga [%]	92,7	86,0	–	84,9	89,6	92,7	90,8	90,0

Tabulka 11: Výsledky dekompozice Ga 2p_{3/2} píku pro připravené vzorky (měření metodou XPS).



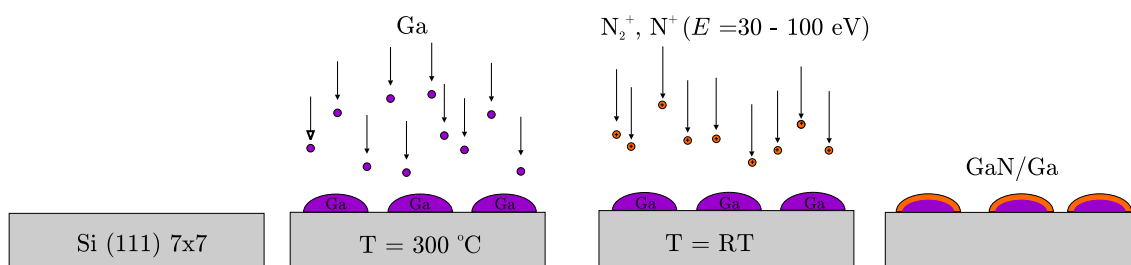
Obrázek 90: Ukázka fitování píku Ga $2p_{3/2}$ v programu Unifit (vzorek 4.), kde byl zjištěn nejvyšší podíl Ga-N vazeb (15,1 %).

za pokojové teploty po dobu $t = 90$ minut dopadu iontů dusíku N^+ o energii $E = 60$ eV. Proces přípravy GaN vrstev postnitridací je schematicky znázorněn na obrázku 91 a parametry nastavení iontově-atomárního zdroje jsou uvedeny v tabulce 12.

Vzniklé vrstvy byly analyzovány obdobně jako v předešlém případě metodou XPS. Výsledné spektrum postnitridovaných Ga ostrůvků je zobrazeno na obrázku 92 (a), kde jsou také porovnány měřené detaily píků Ga $2p_{3/2}$ před (černá) a po procesu postnitridace (červená). Typický tvar připravovaných ostrůvků Ga/N na Si(111) 7×7 měřený metodou AFM v kontaktním módu je uveden na obrázku 92 (b).

Tímto postnitridačním procesem bylo získáno vysoké procento vazeb Ga-N (88 %) na povrchu Ga ostrůvků, které bylo zjišťováno fitováním XPS píku Ga $2p_{2/3}$, viz obrázek 93.

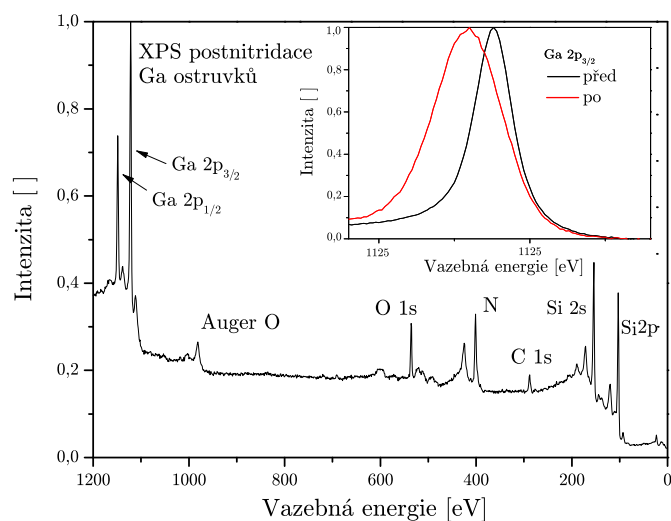
Pro získání ostrůvků s vysokým zastoupením vazeb Ga-N bylo nutno použít třikrát delší čas



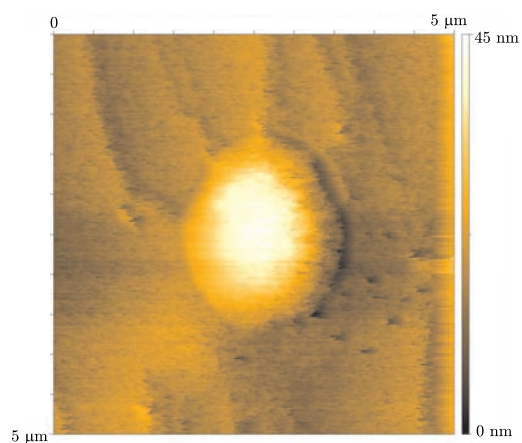
Obrázek 91: Schéma procesu postnitridace přípravy GaN ostrůvku.

Mód	t_{dep} [h]	P_k [W]	U_M [V]	I_T [nA]
efuzní cela (Ga)	0,5	12,54	100	-
iontový zdroj (N)	1,5	0,56	60	760

Tabulka 12: Užité parametry při fitování jednotlivých vazeb Ga-Ga a Ga-N píku $2p_{3/2}$.

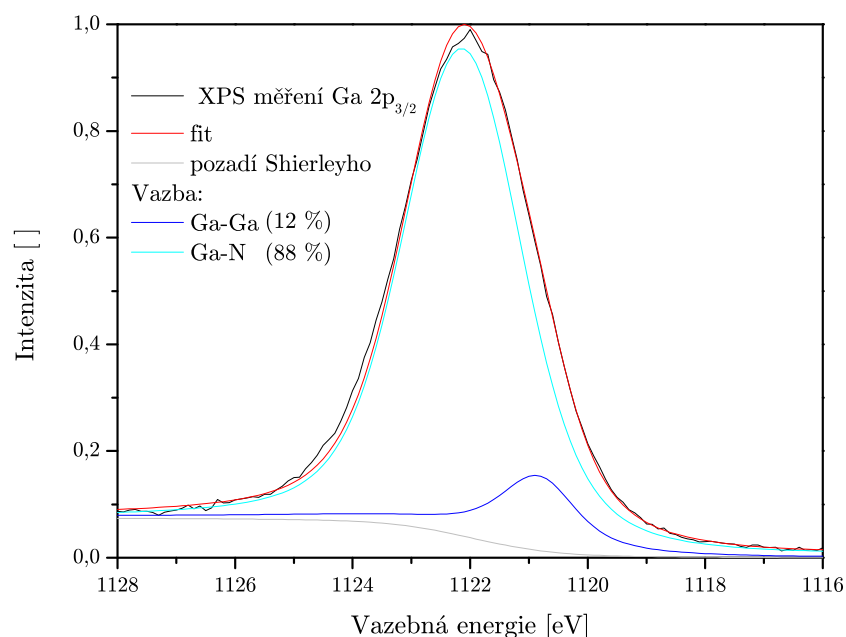


(a)



(b)

Obrázek 92: (a) Postnitridované Ga ostrůvky měřené metodou XPS a detail porovnání píků Ga $2p_{3/2}$ před a po procesu nitridace, (b) morfologie postnitridovaného Ga ostrůvku měřeného metodou AFM.



Obrázek 93: Dekompozice XPS píku $\text{Ga } 2p_{3/2}$ postnitridovaných ostrůvků Ga.

postnitridace iontovým svazkem, než byl použit při přímé depozici GaN. Z těchto důvodů jsme se rozhodli pro další přípravu GaN vrstev zvýšit hustotu iontového svazku.

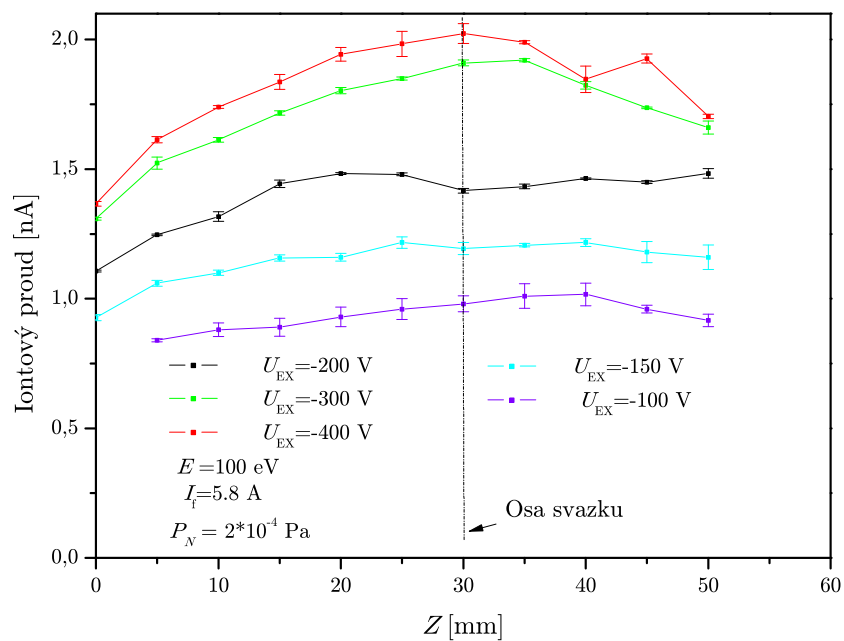
6.8 Optimalizace iontově–atomárního zdroje - zvýšení hustoty iontů ve svazku

Při měření profilů iontových svazků Faradayovou sondou byla zjištěna silná divergence těchto svazků. Naměřené profily pro různá extrakční napětí jsou zobrazeny na obrázku 94.

Zvýšení proudové hustoty iontů dusíku ve svazku lze realizovat vhodně volenou iontovou optikou, která by byla uchycena na čelní straně iontově – atomárního zdroje. Tyto fokusační elektrody je možné současně užít pro omezení toku neutrálních částic (kolimační trubice). Omezením svazku neutrálních částic kolimační trubicí je běžně používáno u komerčně vyráběných efuzních cel, kde je tímto způsobem omezeno napařování funkčních součástí v UHV komoře. Vhodné rozměry těchto trubic lze určit z teorie zabývající se kolimací neutrálních částic, kterou se zabývá část 2.1. Kolimační trubicí lze také využít pro kalibraci toku neutrálních částic (fluxmeter), kdy měříme zbytkový proud iontů dopadající na tuto trubicí. Tento proud je úměrný toku neutrálních částic ve svazku.

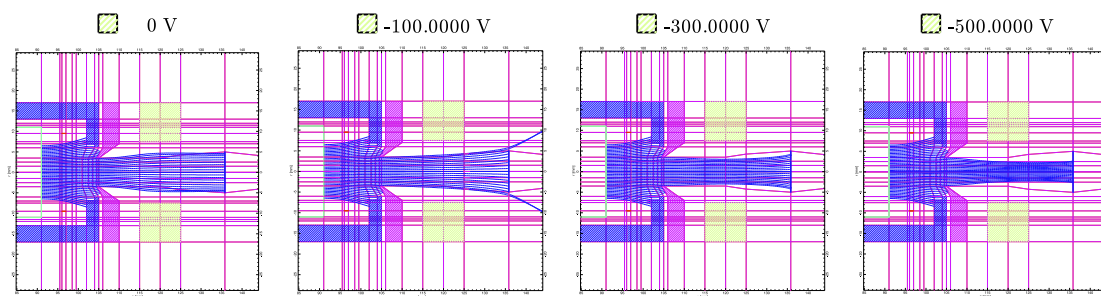
Návrh soustavy elektrostatických čoček byl studován pomocí programu EOD, kdy byly simulovány různé varianty uspořádání elektrostatických elektrod. Trajektorie iontů dusíkových molekul procházejících elektrostatickým elektrickým polem ovlivněných fokusační elektrodou jsou zobrazeny na obrázku 95. Jsou zde uvedeny trajektorie iontů pro různá záporná napětí na fokusační elektrodě. Z výsledků vyplývá nárůst hustoty iontového svazku se zvyšujícím se záporným elektrickým potenciálem na této elektrodě.

Při návrhu fokusačních elektrod byla navržena současně pohyblivá clona, která umožní zacloňování svazku během depozice a tímto způsobem přesněji definovat tloušťku připravované vrstvy. Konstrukce byla realizována nastavením nátrubku DN 40, na kterém byla navařena pod úhlem příruba DN 16 pro umístění rotační průchodky do vakua. Převod krouťícího momentu z rotační vakuové průchodky na osu hřídele otáčející clonou byl realizován spojením souosých hřídelů nerezovou

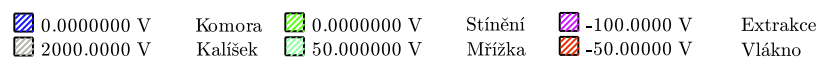


Obrázek 94: Profil svazku iontů dusíku měřený Faradayovou sondou pro různá extrakční napětí.

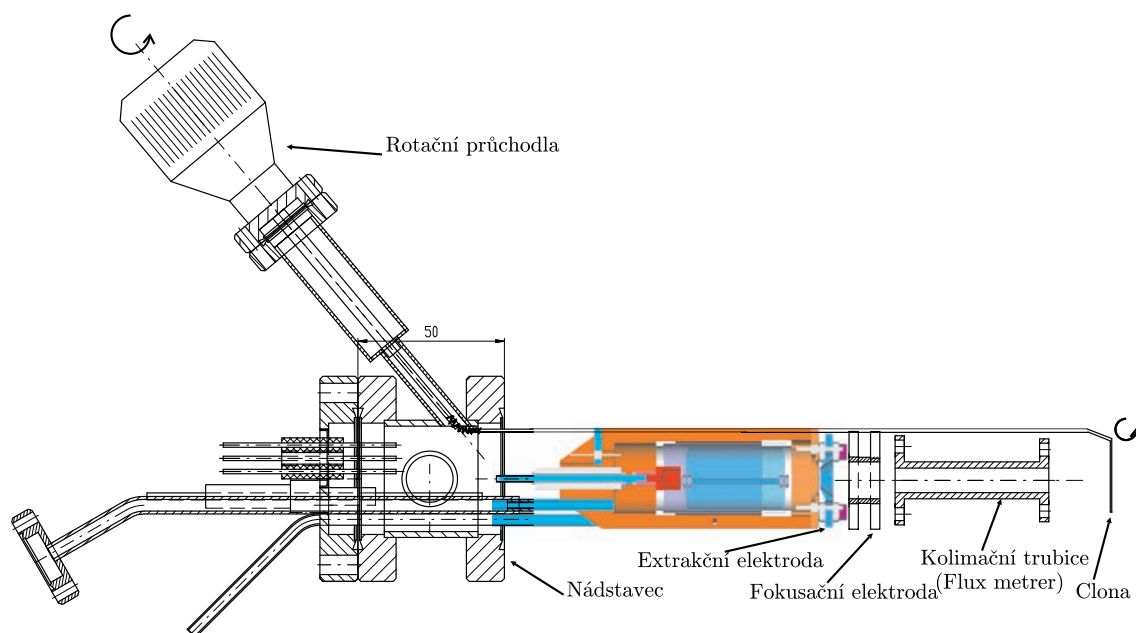
Fokusační elektroda:



Elektrody:



Obrázek 95: Trajektorie iontů molekul dusíku pro různá elektrická napětí na fokusační elektrodě ($U_{fok} = 0$ V, -100 V, -300 V, -500 V).

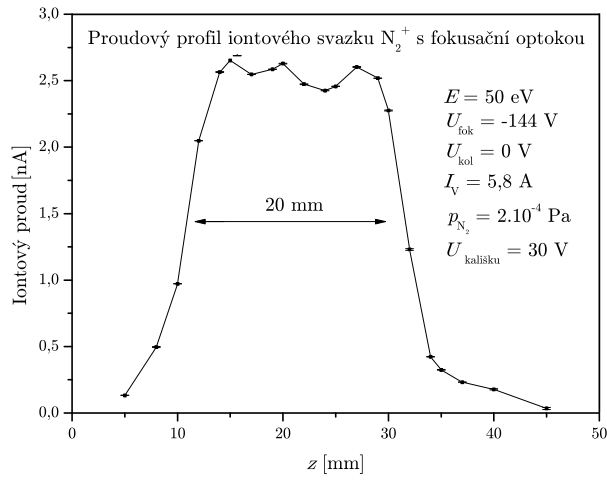


Obrázek 96: Rozmístění fokusačních elektrod a rotační průchodky umožňující manipulaci se clonou.

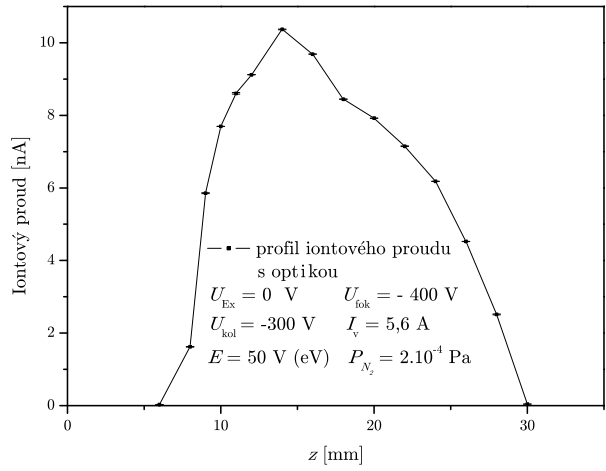
pružinou. Umístění rotační průchodky a fokusačních elektrod jsou znázorněna na obrázku 96.

Po instalaci elektrostatických elektrod na přední část iontově-atomárního zdroje byl měřen profil iontového svazku Faradayovou sondou, kdy byl na kolimační trubici přiveden zemní potenciál. Získaný proudový profil svazku je zobrazen na obrázku 97 (a). Z obrázku je patrné ohraničení svazku s pološířkou cca 20 mm. Porovnáním maxima intenzit iontového svazku pro energii $E = 50$ eV s měřením před ($I_F = 0,5$ nA) instalací fokusačních elektrod došlo k nárůstu iontového proudu 5-krát. Přivedením záporného napětí také na kolimační trubici ($U_{kol} = -300$ V) byl změřen nárůst maxima iontového proudu až 20-krát vyšší. Tento profil iontového proudu je zobrazen na obrázku 97 (a), kde maximální hodnota dosahovala $I_F = 10,4$ nA.

Zvýšení hustoty iontů dusíku ve svazku umožnilo provést přímou depozici GaN za pokojové teploty na substrát Si(111) 7×7 . Při depozici byl kalíšek žhaven výkonem dopadajících elektornů $P = 9$ W a tlak dusíku v komoře dosahoval $p = 5 \cdot 10^{-5}$ Pa. Ionty dopadaly na substrát s energií $E = 50$ eV. Elektrické napětí na extrakční elektrodě bylo $U_{ex} = -190$ V, na fokusační elektrodě $U_{fok} = 24,2$ V a na kolimační trubici $U_{kol} = -220$ V. Při zmíněném nastavení proud dopadajících iontů na vzorek byl $I_T = 850$ nA. Depozice vrstvy byla prováděna po dobu $t = 120$ minut a poté byla analyzována metodou XPS. Přehledové XPS spektrum spolu s ukázkou fitovaného detailu Ga píku 2p $3/2$ je zobrazeno na obrázku 98 (a). Fitováním bylo zjištěno až 78 % vazeb Ga-N. Morfologie povrchu vzorku měřena pomocí metody AFM v kontaktním módu. Měření bylo provedeno po vyjmutí vzorku z UHV prostředí. Na obrázku lze pozorovat terasy křemíkového substrátu, na kterých jsou patrné velmi drobné ostrůvky GaN, viz obrázek 98 (b).

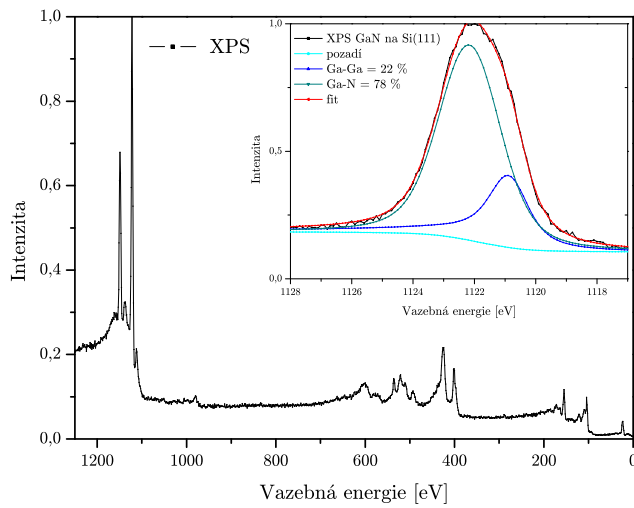


(a)

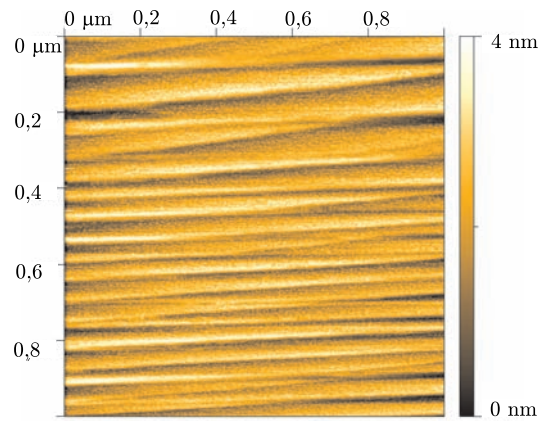


(b)

Obrázek 97: Profil iontového svazku měřený Faradayovou sondou (a) s nulovým potenciálem na kolimační trubici ($U_{kol} = 0 \text{ V}$) a (b) s potenciálem na kolimační trubici ($U_{kol} = -300 \text{ V}$).



(a)



(b)

Obrázek 98: (a) Přeheledové spektrum XPS měření GaN na Si(111) 7×7 s ukázkou fitování Ga piku 2p 3/2 (b) morfologie povrchu GaN ultratenké vrstvy na Si(111).

7 Závěr

Cílem disertační práce bylo studium problematiky atomárních a iontových svazkových systémů, které jsou užívány v oborech fyziky povrchů a tenkých vrstev. Studovaná oblast nachází uplatnění především v polovodičovém průmyslu a oboru nanotechnologií.

Práce byla rozdělena do dvou pomyslných částí, které jsou věnovány návrhu a aplikaci UHV zařízení pro depozici ultratenkých vrstev. První část práce byla věnována problematice atomárních svazků formující se v termálním disociačním zdroji a v druhé části byl probírán návrh a aplikace iontově–atomárního zdroje.

Podrobnému studiu zmíněných zařízení předcházelo uvedení do problematiky přípravy ultratenkých vrstev v podmínkách UHV (viz kapitola 1.) a v následující druhé kapitole byla stručně nastíněna kinetická teorie plynů, jež sloužila jako podklad pro samostatný vývoj iontových a atomárních svazkových systémů, umožňujících přípravu ultratenkých vrstev.

V třetí kapitole byl provedený souhrnný přehled technik vhodných pro detekci atomárních a iontových svazků. Některé z těchto principů detekce svazků popsanych v kapitole byly užity v následujících kapitolách.

Kapitola 4 je věnována termálnímu atomárnímu zdroji poskytujícím svazky atomů o termální energii (0,1 - 1 eV). V úvodu kapitoly byl uveden stručný přehled aplikací svazků atomů kyslíku a vodíku. Byl popsán dosavadní vývoj konstrukcí termálních disociačních zdrojů. Dále byly probírány důvody výběru jednotlivých konstrukčních řešení a předvedena námi navrhovaná konstrukce termálního atomárního zdroje. V rámci práce byla vypracována kompletní výkresová dokumentace a to včetně 3D modelu. Vyhotovený termální atomární disociační zdroj byl zprvu vybaven tantalovou kapilárou, která měla být užita ke studiu tvorby atomárních svazků atomů kyslíku. Později po provedení experimentů byla konstatována nevhodnost tohoto materiálu pro formování atomárních svazků kyslíku. Vlivem zvýšené teploty docházelo k oxidaci tohoto materiálu, až došlo k rozpadu kapiláry. Zde je nutno poznamenat, že přítomnost atomů kyslíku ve svazku nebyla prokázána. Vhodnější materiál pro konstrukci kapiláry pracující v kyslíkovém prostředí se jeví iridium. Nicméně jeho finanční nedostupnost nám nedovolovala provést s tímto materiálem další experimenty.

Dále byly prováděny experimenty s disociací molekul vodíku. Pro tento účel byl zdroj vybaven wolframovou kapilárou. Pomocí kvadrupólového hmotnostního spektromeru byl detekován atomární vodík přítomný ve svazku. Tento zdroj byl následně užit při studiu interakce povrchu Si(100) s atomy vodíku metodou SR-PES (*Synchrotron Radiation Photoelectron Spectroscopy*).

Aplikacím iontově–atomárního zdroje byla věnována úvodní část 5. kapitoly. Dále zde byly popsány jednotlivé funkční módy iontově–atomárního zdroje spolu s požadavky na optimální vlastnosti svazku. Před provedením samotného návrhu iontově–atomárního zdroje bylo zjišťováno simulací jeho optimální uspořádání. Dále byla provedená analýza jednotlivých částí zdroje a s ohledem na jejich funkci byl vyhotoven kompletní návrh. Byla vypracována kompletní výkresová dokumentace včetně 3D modelu. Vyrobený iontově–atomární zdroj byl postupně testován v jednotlivých funkčních módech a současně byla optimalizována jeho funkce. V závěru kapitoly byly měřeny základní fyzikální vlastnosti iontově–atomárního svazku (energie iontů, profil svazku, ...)

Navržený a odzkoušený zdroj byl v závěru práce přihlášen na patentovém úřadě pod číslem přihlášky 2008/023. Optimalizace iontově–atomárního zdroje byla také součástí diplomové práce Mgr. Tomáše Šamořila, která probíhala pod vedením autora této disertační práce.

Poslední, 6. kapitola, se zabývá přípravou vrstev GaN na substrát Si(111) 7×7 pomocí uvedeního zdroje. V této kapitole byla vedena rozprava o aplikaci a základních vlastnostech GaN vrstev. Byly popsány experimenty za účelem depozice GaN a nezbytné úpravy iontově–atomárního zdroje. Po těchto úpravách bylo možno provádět depozice tenkých vrstev pro energie iontů v rozsahu (30 – 100 eV). Popisované závěrečné úpravy vedly ke zvýšení maxima iontového proudu ve svazku 20-ti

násobek původní hodnoty. V rámci disertační práce byla vyhotovena dvě plně funkční zařízení pro přípravu ultratenkých vrstev. Ceny obdobných jednotlivých zařízení se pohybují kolem 1 000 000 Kč. Námi navržené a zkonstruované zdroje tak umožní další rozvoj výzkumu prováděného v oboru povrchu a tenkých vrstev na Ústavu fyzikálního inženýrství.

7.1 Přehled grantové a publikační činnosti

7.1.1 Grantová činnost

1. Grant Fondu vědy FSI VUT Brno č. BD FP 330 010: *Návrh a konstrukce zdroje termálních svazků atomů kyslíku*, řešitel: **J.Mach**, 2003.
2. Grant Fondu vědy FSI VUT Brno č. BD 134 3008: *Návrh a konstrukce iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev*, řešitel: **J.Mach**, 2004.

7.1.2 Publikace

1. **J.Mach**: *Návrh a konstrukce zdroje termálních svazků dusíku*, Diplomová práce, VUT v Brně, Ústav fyzikálního inženýrství, Brno, 2002.
2. Voborný S., Kolíbal M., **J.Mach**, Čechal J., Bábor P., Průša S., Spousta J., Šíkola T., *Deposition and in situ characterization of ultra-thin films*, článek ve sborníku EVC, 23.06.2003.
3. Průša S., Kolíbal M., Bábor P., **J.Mach**, Jurkovič P., Šíkola T., *Analysis of thin films by TOF LEIS*, článek ve sborníku EVC, 23.6.2003.
4. Voborný S., Kolíbal M., **J.Mach**, Čechal J., Bábor P., Průša S., Spousta J., Šíkola T., *Deposition and in-situ characterization of ultra-thin films*, Thin Solid Films, vol. 459, č. 1-2, 01.01.2004.
5. Voborný S., Mach, J., Čechal J., Kostelník P., Tomanec O., Bábor P., Sposta J., Šíkola T., *Application of Complex UHV Apparatus in a Study of Low-temperature Gallium-nitride Ultrathin Film Growth*, Jemná mechanika a optika, vol. 9, č. 9, 01.01.2004.
6. Voborný S., **J.Mach**, Kolíbal M., Čechal J., Bábor P., Potoček S., Šíkola T., *A study of Early Periods of GaN Ultrathin Film Growth*, článek ve sborníku, VUT v Brně, (11.11.2004).
7. Průša, S.; Kolíbal, M.; Bábor, P.; **J. Mach**; Šíkola, T. *Analysis of thin films by TOF-LEIS*. Acta Physica Polonica A, 2007, roč. 111, č. 3, s. 335-341. (2005).
8. Čechal, J.; **J. Mach**; Voborný, S.; Kostelník, P.; Bábor, P.; Sposta, J.; Šíkola, T. *A study of Ga layers on Si(100)-(2x1) by SR-PES: influence of adsorbed water*. Surface Science, (2007), roč. 601, č. 9, s. 2047-2053.
9. **J. Mach**; Čechal, J.; Kolíbal, M.; Potoček, M.; Šíkola, T. *Atomic hydrogen induced gallium nanocluster formation on the Si(100) surface*. Surface Science, roč. 602, č. 10, s. 1898-1902. (2007).
10. Čechal, J.; Tomanec, O.; Škoda, D.; Koňáková, K.; Hrnčír, T.; **J. Mach**; Kolíbal, M.; Šíkola, T., *Selective growth of Co islands on ion beam induced nucleation centers in a native SiO₂ film*. Journal of Applied Physics, 2009, roč. 105, č. 8, s. 084314-84319. (2008).

11. Bartošík, M.; Kolíbal, M.; Čechal, J.; **J. Mach**, Šikola, T., *Selective growth of metallic nanostructures on surfaces patterned by AFM local anodic oxidation*. Journal of Nanoscience and nanotechnology, (2009), roč. 9, č. 10, s. 5887-5890.

7.1.3 Patenty a funkční vzorky

1. **J.Mach**, T. Šikola, : *Iontově atomární zdroj s nízkou energií iontů*, podaná žádost na patentovém úřadě pod číslem 2008/023, A2/ 518.
2. **J.Mach**, T. Šikola, : *Zdroj atomů vodíku; Termální disociační zdroj atomů vodíku*. A2/ 518. (funkční vzorek).

7.1.4 Prezentace formou posteru

1. **J.Mach**, *Návrh a konstrukce zdroje termálních svazků atomů kyslíku*, Obhajoba Grantu FSI VUT Brno č. BD FP 330 010, 2003.
2. **J.Mach**, *Návrh a konstrukce iontově-atomárního zdroje pro depozici GaN vrstev*, Obhajoba Grantu FSI VUT Brno č. BD 134 3008, 2004.
3. **J.Mach**, *Desing and construction of thermal atom beam sources for oxygen*, International Summer School, Tři Studně, Czech Republic, Science and Technology at Nanoscale, 6-11.5.2005.

Reference

- [1] H. Pauly, *Atom, Molecule, and Cluster Beams I.*, Springe Berlin, (2000).
- [2] Jon R. Arthur, *Molecular beam epitaxy*, Surface Science, 500, (2002), pp 189-217.
- [3] J. A. Venables, *Introduction to Surface and Thin Film Processes*, Cambridge University Press, (2000).
- [4] K. Oura, V. G. Lifshits, A. A. Saranin, A. V. Zotov, M. Katayama, *Surface Science*, Springer, (2003).
- [5] Jian-Long Li, Jin-Feng Jia, Xue-Jin Liang, Xi Liu, Jun-Zhong Wang, Qi-Kun Xue, Zhi-Qiang Li, John S. Tse, Zhenyu Zhang, and S. B. Zhang, *Spontaneous Assembly of Perfectly Ordered Identical-Size Nanocluster Arrays*, Physical Review Letters, Volume 88, Number 6, (2002).
- [6] J. Mach, Diplomová práce - *Návrh a konstrukce zdroje termálních svazků atomů dusíku*, VUT Brno, FSI, Ústav fyzikálního inženýrství, (2002).
- [7] A. Roth, *Vacuum technology*, Springe Berlin, North Holland, (1990).
- [8] Vályi, *Atom a Iont Source*, Akadémiai Kiadó, Budapest, (1977).
- [9] Groszkowski J., *Technika vysokého vakua*, SNTL, (1981).
- [10] O. K. Rice, *On the Recombination of Iodine and Bromine Atoms*, Jurnal Chem. Phys., 9, 258, (1941).
- [11] E. W. Lamb, R. C. Retherford, *Fine Structure of the Hydrogen Atom*, Pfys. Rev., 79, 549, (1950)
- [12] D. B. Oakes, R. H. Krech, B. L. Upschulte, and G. E. Caledonia, *Oxidation of polycrystalline silver films by hyperthermal oxygen atoms*, J. Appl. Phys. 77(5), 2166 (1995).
- [13] Henderson, W. R. and H. I. Schiff, *Simpl Sensor for Measurement of atomic oxygen height profiles in upper atmosphere*, Planet Space Sci. 18, 1527 (1970).
- [14] Users manual: *STM-100 / MF*, Rev. G, Sycon Instruments, (1997).
- [15] Y. Yoshida, Y. Okazaki, K. Ito, and S. Mizuguchi, *Production of an atomic oxygen beam by a nozzle-beam-type microwave radical source*, Rev. Sci. Instrament. 66. 4166 (1995).
- [16] Matijasevic V., Garwin E. L., and Hammond R. H., *Atomic oxygen detection by a silver-coated quartz deposition monitor*, Rev. Sci. Instrament. 61, 1747 (1990).
- [17] S. R. Cook, and M. A. Hoffbauer, *Understanding gas/surface interactions form direct force measurements using a specialized torsion balance*, J. Vac. Sci. Technol., A 15(3) pp. 1553, (1997).
- [18] S. R. Cook, M. A. Hoffbauer, J. B. Cross, *a specialized torsion balance designed to measure the absolute flux density of hyperthermal molecular beams containing reactive species*, Rev. Sci. Instrum., 67 (5), (1996).
- [19] Voults D., McCullough R. W., Thompson W. R., Burns D., Geddes J., Cosimin G. J., Nelson E., Chow P. P., Klassen J., *Characterisation of an RF atomic nitrogen plasma source*, Journal of crystal growth, 201/202 399-401, (1999).

- [20] A. Donnelly, M. P. Hughes, J. Geddes, H. B. Gilbody, *A microwave discharge atom beam source of high intensity*, Meas. Sci. Technol., 3, pp. 528-532 (1992).
- [21] C. Wyon, *Future technology for advanced MOS devices*, Nuclear Instrument and Methods in Physics, B 186, (2002), 380-391.
- [22] G. Bersuker, P. Zeitzoff, G. Brown, and H.R Huff, *Dielctrics future transistor*, Materials To Day, Januar, (2004).
- [23] G. A. Brown, P. M. Zeitzoff, G. Bersuker, and H.R. Huff, *Scaling CMOS materials and device*, Materials To Day, Januar, (2004).
- [24] U. Bishler at all, *Simple source of hydrogen for ultrahigh vaccum aplication*, J. Vac. Sci. Technologie, A 11(2),(1993).
- [25] K. Oura, V. G. Lifshits, A.A. Saranin, A. V. Zotov, M. Katayama, *Surfece Science An Itroduction*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2003
- [26] K. Oura, V. G. Lifshits, A.A. Saranin, A. V. Zotov, M. Katayama, *Hydrogen interaction whit clean and modified silicon surface*, Surfece Science Reports, 35,1-69, 2003.
- [27] Koji Sumitomo, Tadashi Kobayashi, Fumiya Shoji, and Kenjiro Oura, Itsuo Katayama, *Hydrogen mediated epitaxy of Ag of Si(111) as studied by low-energy ion scattering*, Physical Review Letters, vol. 66, n. 9, (1991).
- [28] T. Miyake, H. Petek, K. Takeda, K. Hinode, *Atomic hydrogen enhanced reflow of copper*, Appl. Phys. Lett. 70 (10), (1997).
- [29] Taykeyoshi Sugaya, Mitsuo Kawabe, *Low-Temperature Cleaning of GaAs Substrate by Atomic Hydrogen Irradiation*, Jap. Jour.of App. Physics, Vol. 30, No. A, (1991), pp. L402-L404.
- [30] P. Tomkiewicz, A. Winkler, J. Szuber, *Comparative study of the GaAs(100) surface cleaned by atomic hydrogen*, Applied Surface Science 252, (2006), pp. 7647-7658.
- [31] M. Draxler, M. Walker, C.F. McConville, *Formation of metallic indium during atomic hydrogen cleaning of InN(0001) surfaces*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 249, pp. 886889 (2006).
- [32] Hong Jie Jin, Masaharu Shiratani, Yasuhiro Nakatake, Tsuyoshi Fukuyawa, Toshio Kinoshita, Yukio Watanable and Masaharu Toyofuku, *Conformal deposition of high-purity copper using plasma reactor with H atom source*, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 38, pp. 4492-4495, (1999).
- [33] Y. Okada, et al., *High-Quality GaAs Films on Si Substrates Grown by Atomic Hydrogen-Assisted Molecular Beam Epitaxy for Sollar Cell Application*, Jpn. J. Appl. Phys. 32, L 1556, (1993).
- [34] H. Shimomura, Y. Okada, M. Kawabe, *Low Dislocation Density GaAs on Vicinal Si(001) Grown by Molecular Beam Epitaxy with Atomic Hydrogen Irradiation*, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 31, pp L628-L631, (1992).
- [35] H. Shimomura, Y. Okada, H. Matsumoto, M. Kawabe, Y. Kitami, Y. Bando, *Reduction Mechanism of Dislocation Density in GaAs Films on Substrates*, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 32, pp. 632-636 (1993)

- [36] H. Ohnishi, Y. Yamamoto, I. Katayama, Y. Ohba, K. Oura, *Hydrogen-Induced Ag Cluster Formation on The Si(111) Root-3X-Root-3 (R30-Degrees)-Ag Surface Observed By Scanning-Tunneling-Microscopy*, Jpn. J. Appl. Phys., 33 (1994) L 1106.
- [37] O. Kubo, T. Fujino, J. T. Ryu, K. Oura, M. Katayama, *Sb atom reconstruction induced by atomic hydrogen interaction with Si(111) $\sqrt{3} \times \sqrt{3}$ -Sb surface*, Surface Science 581 (2005) 1723.
- [38] K. Oura, H. Ohnishi, Y. Yamamoto, I. Katayama, Y. Ohba, *Atomic-hydrogen-induced Ag cluster formation on Si(111)-root 3x root 3-Ag surface observed by scanning tunneling microscopy* J. Vac. Sci. Technol. B, 14 (1996) 988.
- [39] S. Itou, A. Nishida, Y. Murata, O. Kubo, H. Okado, M. Katayama, A.A. Saranin, A.V. Zotov, K. Oura, *Quantitative characterization of the Al nanoclustering induced by H interaction with Si(100)c(4 \times 12)-Al surface phase* Surface Science 565, 121128, (2004.)
- [40] Yasushi Yamauchi, Xin Ju, Taku Suzuki, Mitsunori Kurahashi, *Metastable-atom-stimulated desorption from hydrogen-passivated silicon surfaces*, Surface Science, 528, pp. 9196 (2003).
- [41] J. Geddes, P. N. Clough, and P. L. Moore, *Crossed molecular beam study of reactive scattering: O + CS₂ \rightarrow SO + CS*, The Journal of Chemical Physics, Vol. 61, No. 5, (1974).
- [42] B. Van Zyl, M. W. Gealy, *New molecular-dissociation furnace for H and O sources*, Rev. Sci. Instrum. 57 (3), (1986).
- [43] Prospekt firmy Oxford Scientific Instruments for Innovators, *Thermal Gas Cracker – Hydrogen Source*, www.oxsci.com, (2002)
- [44] Prospekt firmy SVTA, *Atomic Hydrogen Source SVTA-H1-1*, www.svta.com, (2002).
- [45] <http://www.veeco.com/>, *MBE Atom – H Source*, (5.5.2005)
- [46] <http://www.omicron.de/>, (5.5.2005).
- [47] <http://www.webelements.com/>, (23.02.2005).
- [48] Omega, <http://www.omegaeng.cz>, (10.3.2005).
- [49] www.tungsten.com/mtstung.html, (12.7.2006).
- [50] <http://www.elettra.trieste.it/info/intro.html>, (30.7.2007).
- [51] R. Hesse, T. Chassé, R. Szargan, *Peak shape analysis of core level photoelectron spectra using UNIFIT for WINDOWS*, J. Anal. Chem., 365:4854, (1999).
- [52] H. Koh, J. W. Kim, W. H. Choi, H. W. Yeom, *Reinvestigation of the Si 2p photoemission line shape from a clean Si(100)c 4x2 surface*, Physical Review B, Vol 67, 073306, 2003.
- [53] Mach, J.; Čechal, J.; Kolíbal, M.; Potoček, M.; Šikola, T., *Atomic hydrogen induced gallium nanocluster formation on the Si(100) surface*. Surface Science, 2008, roč. 602, č. 10, pp. 1898-1902. 2007.
- [54] W. Ensinger, *Ion source for ion beam assisted thin-film deposition*, Rev. Sci. Instrument. 63 (11), (1992).

- [55] T. Michely, CH. Teichert, *Adatom yields, sputtering yields, and damage patterns of single-ion impacts on Pt(111)*, Physical Review B, Vol 50, N 15, pp. 11156 (1994).
- [56] G. Rosenfeld, B Poelsema, G. Comsa, *The concept of two mobilities in homoepitaxial growth*, Journal of Crystal Growth, 151, 230-233, (1995).
- [57] J. K. Hirvonen, *Ion beam assisted thin film deposition*, Material Science Reports 6, 215-27, (1991).
- [58] F. A. Smidt, *Use of ion beam assisted deposition to modify the microstructure and properties of thin films*, International Materials Reviews, vol. 35, N 2, pp. 61-120, (1991).
- [59] W. Wulfhekkel, I. Beckmann, G. Rosenfeld, B. Poelsema, G. Comsa, *Growth and morphology of Ni films on Cu(111)*, Surface Science, 395, pp. 168-181, (1998).
- [60] J. Kirschner, H. Engelhard a D. Hartung, *An evaporation source for ion beam assisted deposition in ultrahigh vacuum*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 73, No. 11, (2002).
- [61] M. Geryk, T. Šikola, *Miniaturní zdroj ionizovaných svazků atomů pevných latek*, VUT BRNO FSI, (2001).
- [62] <http://www.lencova.com>, (2009).
- [63] W. Bleakney, Phys. Rev., 35, 1180 (1930).
- [64] W. Bleakney, J. T. Tate, Phys. Rev., 658, 1180 (1930).
- [65] Lozier, Phys. Rev., 36, 1285 (1930).
- [66] Lozier, Phys. Rev., 36, 1417 (1930).
- [67] J. T. Tate, P. T. Shmith, Phys. Rev., 39, 270 (1932).
- [68] J. T. Tate, P. T. Shmith, A. L. Vaughan, Phys. Rev., 48, 525 (1935).
- [69] H. D. Hagstrum, J. T. Tate, Phys. Rev., 59, 354 (1941).
- [70] H. P. Maruska, and J. J. Tietjen, *Preparation and Properties Of Vapor-Deposited Single-Crystalline GaN*, Appl. Phys. Lett., Vol. 15, Num. 10, (1969).
- [71] S. Nakamura, M. Senoh, S. Nagahama, N. Iwasa, T. Yamada, T. Matsushita, H. Kiyoku, Y. Sugimoto, T. Kozaki, H. Umemoto, M. Sano, K. Chocho, *InGaN/GaN/AlGaN-based laser diodes with modulation-doped strained-layer superlattice grown on an epitaxially laterally overgrown GaN substrate* Appl. Phys. Lett. 72, pp 211, (1998).
- [72] G. Popovici, H. Morkoc and S.Noor Mohammed, in *Group III Nitride Semiconductor Compounds*, edit by B. Gil (Clarendon, Oxford 1998), pp 19-69.
- [73] I. Akasaki, H. Amanto, I. Suemune, *Recent Progress of Crystal Growth, Conductivity Control and Light Emitters of Group III Nitride Semiconductors*, Tech. Dig. Int. Elektron Devices Meet. 96, 231(1996).
- [74] S. C. Binary, H. C. Dietrich, in *GaN and Related Materials*, edited by S.J. Peatron (Gordon and Brach, New York, 1997), pp. 509-534.

- [75] J.-Y. Duboz, M. A. Khan, in *Group III Nitride Semiconductor Compounds*, edit by B. Gil (Clarendon, Oxford 1998), pp. 343-90.
- [76] Aaron J. Ptak, *Dissertation submitted to the Eberly College of Arts and Sciences at West Virginia University*, Morgantown, West Virginia (2001).
- [77] I. Akasaki, H. Amanto, M. Kito, K. Hiramatsu, *Photoluminescence of Mg-doped p-type GaN and electroluminescence of GaN p-n junction LED* J. Lumin. 48 a 49, 666 (1991).
- [78] S. Nakamura, Science, *The roles of structural imperfections in InGaN-Based blue light-emitting diodes and laser diodes* ,Vol 281, 5379, pp. 956-961 (1998).
- [79] T. Šamořil, *Vývoj atomárních a iontových svazkových zdrojů*,Diplomová práce, Vysoké Učení Technické Brno, FSI, ÚFI, (2009).
- [80] M. Mesrine, N. Grandjean, *Efficiency of NH₃ as nitrogen source for GaN molecular beam epitaxy* ,J. Massies, Appl. Phys. Lett. 72, 350 (1998).
- [81] S. Yoshida,*Photoluminescence measurement of InGaN and GaN grown by a gas-source molecular-beam epitaxy method* ,J. Appl. Phys. 81, 7966 (1997).
- [82] M. H. Xie, L. X. Zheng, X. Q. Dai, H. S. Wu, S. Y. Tong, *A model for GaN ghost island*,Surface Science 558, 195-200 (2004).
- [83] V.V. Mamutin, S.V. Sorokin, V.N. Jmerik, T.V. Shubina, V.V. Ratnikov, S.V. Ivanov, P.S. Kopev, M. Karlsteen, U. Sodervall, M. Willander,*Plasma-assisted MBE growth of GaN and InGaN on diferent substrates*, Journal of Crystal Growth 201/202, pp. 346-350,(1999).
- [84] T. C. Fu, N. Newman, E. Jones, J. S. Chan, X. Liu, M. D. Rubin, N. W. Cheung, E. R. Weber, *The influence of nitrogen ion energy on the quality of GaN films grown with molecular beam epitaxy*,Journal of Electronic Materials, Vol. 24, No. 4, (1995).
- [85] S. C. Binari, J. M. Redwing, G. Kelner, W. Kruppa, *AlGaIn/GaN HEMTs grown on SiC substrates*, Electronics Letters, Vol. 33 No. 3,(1997).
- [86] Fumiyoshi Takano, Hironori Ofuchi, JeungWoo Lee, KoKi Takita, Hiro Akinaga, *Growth and characterization of Mn-doped cubic-GaN*, Physica B, 376 - 337 pp. 658 - 662(2006).
- [87] D. Korakakis, H. M. NG, K. F. Ludvig, T. D. Moustakas, *Doping studies of N- and P-type Al_xGa_{1-x}N grown by ECR assisted MBE* ,Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol. 499, pp. 233-238, (1997).
- [88] A. Dadgara, M. Poschenriedera, J. Blasinga, O. Contrerasb, F. Bertrama, T. Riemanna, A. Reihera, M. Kunzec, I. Daumiller, A. Krtschila, A. Dieza, A. Kaluzad, A. Modlichd, M. Kampd, J. Christen, F.A. Ponceb, E. Kohnc, A. Krosta,*MOVPE growth of GaN on Si(111) substrates*, Journal of Crystal Growth, 248, pp. 556-562, (2003).
- [89] W. Tong, M. Harris, B.K. Wagner, J.W. Yu, H.C. Lin, Z.C. Feng, *Pulse source injection molecular beam epitaxy and characterization of nano-scale thin GaN layers on Si substrates*, Surface and Coatings Technology, 200, pp. 3230 - 3234, (2006).
- [90] S. C. Jain, M. Willander, J. Narayan, R. Van Overstraeten, *III-nitrides: Growth, characterization, and properties*, Applied Physics Reviews, Vol. 87, N. 3 geik poster (2000)

- [91] Zhonghai Yu, M. A. L. Johnson, J. D. Brown, N. A. El-Masry, J. W. Cook Jr., J. F. Schetzina, *Study of the epitaxial-lateral-overgrowth (ELO) process for GaN on sapphire*, Journal of Crystall Growth, 195, pp. 333 - 339, (1998).
- [92] R. F. Davis, M. J. Paisley, Z. Sitar, D. J. Kester, K. S. Ailey, K. Linthicum, L. B. Rowland, S. Tanaka, R.S Kern, *Gas-source molecular beam epitaxy of III-V nitrides*, J. Cryst. Growth 178,87 (1997).
- [93] J. Čechal, M. Kolíbal, P. Kostelník, T. Šikola, *Gallium structure on the Si(111)-(7 × 7) surface: influence of Ga coverage and temperature*, J. Phys.: Condens. Matter, 19(2007), 016011 (15pp).
- [94] Hesse R., Streubel P., Szargan R.: *Improved accuracy of quantitative XPS analysis using predetermined spectrometer transmission function with UINFIT 2004.*, Surface and Interface Analysis, vol. 37, 589-607 pp. (2005).

7.1.5 Seznam zkratk

MBE – *Molekulární svazková epitaxe*

UHV – *Velmi vysoké vakuum*

AFM – *Mikroskopie atomárních sil*

STM – *Rastrovací tunelovací mikroskopie*

ML – *Jedna vrstva*

CMOS – *Doplňující se kov-oxid-polovodič*

MOSFET – *Polem řízený transistor kov-oxid-polovodič*

FSI – *Fakulta strojního inženýrství*

ToF LEIS – *Nízkoenergiiová iontová spektroskopie z měření doby letu*

XPS – *Rentgenová fotoelektronová spektroskopie*

LEED – *Difrakce nízkoenergiiových elektronů*

SIMS – *Hmotnostní spektroskopie sekundárních iontů*

TDS – *Termální desorpční spektroskopie*

SE – *Spektroskopická elipsometrie*

RHEED – *Difrakce odražených vysokoenergiiových elektronů*

IBAD – *Depozice s asistencí iontových svazků*

UPT AVČR – *Ústav přístrojové techniky akademie věd České republiky*

SR-PES – *Fotoelektronová spektroskopie využívající synchrotronové záření*

CVD – *Depozice z plynné fáze*

MOCVD – *Metal organická depozice z plynné fáze*

PVD – *Depozice fyzikálním procesem*

LEEBI – *Ořazování nízkoenergiiovými elektronovým svazkem elektronů*

ELOG – *Prerůstající laterální epitaxe*

IBAAD – *Atomární depozice s asistencí iontového svazku*